

**FERNANDO AKIO MAEDA**

**Avaliação da influência de diferentes tratamentos de superfície na  
resistência de união ao cisalhamento entre zircônia  
Y-TZP e cimento resinoso**

São Paulo

2012

**FERNANDO AKIO MAEDA**

**Avaliação da influência de diferentes tratamentos de superfície na  
resistência de união ao cisalhamento entre zircônia  
Y-TZP e cimento resinoso**

**Versão Corrigida**

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

Orientador: Prof. Dr. Walter Gomes Miranda Junior

São Paulo  
2012

Maeda FA. Avaliação da influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre zircônia Y-TZP e cimento resinoso. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Aprovado em:    /    /2012

**Banca Examinadora**

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_ Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_ Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_ Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_ Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_ Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

## **DEDICATÓRIA**

**À Deus, permanente luz do meu caminho**

*Aos meus pais, Toshio e Nair, meu espelho de amor e caráter! Que sempre me apoiaram em todas as decisões, fazendo dos meus sonhos os deles!*

*Aos meus irmãos Guilherme e Leandro, companheirismo e apoio mesmo à distância.*

*A Cynthia, pela paciência, compreensão, apoio e companheirismo em todos os momentos.*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao **Prof .Dr. Walter Gomes Miranda Junior**, primeiramente pela Amizade!  
Um profissional a quem eu me espelho por conseguir aliar a prática clínica com a pesquisa, meus sinceros agradecimentos pelo incentivo e orientação e a confiança depositada em mim.

Ao **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**, um exemplo de dedicação e competência, Meus agradecimentos por todas as oportunidades e pelos ensinamentos transmitidos.

À **Profa. Dra. Marina Stella Bello Silva**, um exemplo de profissional, Meus agradecimentos pelo auxílio com a aplicação dos lasers e amizade em todos os momentos.

Ao **Prof. Dr. Paulo Henrique dos Santos**, um exemplo de profissional e de pessoa, a quem serei eternamente grato por me apresentar o mundo científico e sempre me apoiar na pós-graduação.

À **Profa. Dra. Maria Cristina Rosifini Alves Rezende**, um exemplo de pessoa, por ter sido a primeira pessoa me dar oportunidade em estagiar junto à disciplina de Materiais Dentários e sempre me incentivar na pós-graduação.

## **AGRADECIMENTOS**

À Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo - FOU SP, na pessoa do seu diretor **Prof. Dr. Rodney Garcia Rocha**.

Ao Departamento de Biomateriais e Biologia Oral na pessoa do seu chefe de departamento **Prof. Victor Elias Arana-Chavez**.

À coordenação do curso de Pós-graduação em Materiais Dentários, da FOU SP, na pessoa do seu coordenador do programa **Prof. Dr. Rafael Yagüe Ballester**.

Aos **Profs. Antonio Muench, Alyne, Carlos Francci, Fernando, Igor, Josete, Leonardo, Paulo Capel, Rafael, Roberto Braga, Rosa e Victor**, professores do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da FOU SP, pela amizade, conhecimento transmitido, orientação e incentivo.

Ao **Profs Drs. Carlos de Paula Eduardo e a Ana Cecília Correa Aranha** do Lelo, por disponibilizar a utilização dos aparelhos lasers.

Aos amigos de pós-graduação **Alessander, Andre, Bruno, Carina, Carol, Dani, Erick, Emerson, Flavinha, Flavio, Helena, Hian, Inada, Karen, Lylian, Lorraine, Luana, Marina, Marcela, Pabis, Renata Sgura, Tamara e Taddeo** pela paciência, amizade. a troca de conhecimentos e incentivo.

Aos amigos de pós-graduação que já se formaram **Breno, Bruna, Carol, Marcia, Maurício, Letícia, Luciana, Silvinha, Tathy, Vini** pela amizade, incentivo e a troca de experiências.

À **Silvia, Henrique, Alice, Adriana, Yonne, Marcos, Marcelo, Mari e Lolo** que me receberam como um filho e foram a minha família em São Paulo, meu muito obrigado!

Aos amigos: **Carol, Cintia, Cristiano, Celso, Marcelo, Pedro, Giuliano, Antônio, Alan e Renato**.

Ao **Bruno** pelo auxílio com as análise pelo método de elementos finitos.

Aos meus revisores extraordinários: **Erick, Karen, Marcela e Tamara.**

Ao **Antônio Lascala** pela amizade e auxílio durante os experimentos.

À **Rosa e Eli**, secretárias do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da FOUSP- pelo amizade, competência, trabalho e solicitude.

Aos demais **funcionários da FOUSP**, pois cada um à sua maneira, contribuiu para o bom andamento do curso de doutorado.

À **Capes**, pelo auxílio financeiro.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para que esse trabalho fosse concluído.

**“Aqueles que estão apaixonados pela prática sem a ciência são iguais  
ao piloto que navega sem leme ou  
Bússola e nunca tem certeza para onde vai. A prática deve sempre estar  
baseada em um perfeito conhecimento da teoria.”**

**Leonardo da Vinci**



## RESUMO

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

**OBJETIVOS:** 1ª etapa: validar teste de cisalhamento utilizando um novo dispositivo de padronização através da comparação dos valores de resistência de união (RU) entre a zircônia com dois tratamentos de superfície e um cimento resinoso, aos resultados obtidos com testes de cisalhamento convencional e microcisalhamento; 2ª etapa: avaliar o efeito dos primers metálicos à base de MDP por meio da RU entre zircônia Y-TZP e diferentes tipos de cimentos resinosos (de ativação química, duais e auto-adesivo); 3ª etapa: avaliar o efeito de dois lasers Nd:YAG e Er:YAG e do jateamento com óxido de alumínio (JAT) na superfície da zircônia Y-TZP antes da sua sinterização final e da abrasão triboquímica mais silano (controle positivo) após a sinterização final, por meio da resistência à flexão (RF), rugosidade superficial (RS) e RU; 4ª etapa: avaliar a estabilidade da união entre a zircônia e um cimento resinoso com um primer à base de MDP e de um laser de alta potência após a termociclagem. Os tratamentos superficiais utilizados nesta etapa foram escolhidos com base nos resultados da 2ª e 3ª etapas. **MATERIAL E MÉTODOS:** para os testes de RU foram confeccionados corpos de prova de Y-TZP com dimensões 6x6x3mm, e para o teste de RF 2,5x4,5x20 mm. Para 1ª etapa os tratamentos de superfície foram JAT+Signum Ziconia Bond (SZB – Heraeus), abrasão triboquímica foi realizada Rocatec (ROC – 3M Espe), o silano utilizado foi RelyX Ceramic Primer (3M Espe) e os cimentos resinosos: Panavia F (Kuraray), NX3 (Kerr), seT (SDI), Multilink (Ivoclar). Durante a 3ª etapa a abrasão triboquímica foi realizada ROC, o laser Nd:YAG (Power Laser ST6, Lares Research - 1,2W, 10 Hz) e Er:YAG (Kavo Key II, KaVo Co. - 120 mJ, 6 Hz). O teste de cisalhamento com dispositivo de padronização foi o método de avaliação da RU utilizado para as 2ª, 3ª e 4ª etapas. Os dados dos testes de RU, RG foram analisados pela ANOVA e Tukey ( $\alpha=0,05$ ) e RF por Kruskal-Wallis ( $\alpha=0,05$ ). **RESULTADOS:** 1ª etapa: pelo teste de microcisalhamento os materiais se comportaram da seguinte forma: JAT+SZB>ROC>CO, sendo que para os outros dois testes de cisalhamento o

seguinte ranqueamento foi obtido: JAT+SZB=ROC>CO. 2ª etapa: o SZB apresentou maiores valores de RU para todos os cimentos quando comparados aos grupos controle. O ZP aumento os valores para o cimento Panavia F e NX3. Já o AP aumentou os valores para o cimento seT. 3ª etapa: para o teste de RU o JAT e Er:YAG resultaram em valores similares ao ROC, sendo que Nd:YAG resultou em maiores valores comparado ao ROC. Quando avaliados por RS: Nd:YAG>Er:YAG>JAT>ROC; já para RF: ROC>JAT=Nd:YAG= Er:YAG. 4ª etapa: Após o teste de cisalhamento os seguinte ranqueamento foi obtido: Nd:YAG 24h>Nd:YAG termociclado=SZB 24h>SZB termociclado. CONCLUSÕES: Uma vez que o teste de cisalhamento com dispositivo de padronização mostrou resultados similares ao teste de cisalhamento convencional pode ser um método viável para avaliação da RU. O tratamento com Nd:YAG antes da sinterização final se mostrou efetivo nos valores de RU.

Palavras-Chave: Zircônia Y-TZP, tratamento de superfície, primer metálicos, resistência de união, termociclagem.

## ABSTRACT

Maeda FA. Influence of different surface treatments on shear bond strength between zirconia Y-TZP and resin cement [thesis]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP São Paulo; 2012.

**OBJECTIVES:** first stage: validate shear test using a new device for standardized by comparing the values of bond strength (BS) with conventional shear test and microshear test, between zirconia and a resin cement with two surface treatments. Second stage: evaluate the effect of metal primers based on MDP by BS between Y-TZP and different types of resin cements. Third stage: evaluate Y-TZP surface treatments effect of two lasers (Nd:YAG and Er:YAG) and two sandblasting procedures, with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JAT) before final sintering and tribochemical silicatization after the final sintering, through the flexural resistance (FR) surface roughness (SR) and BS. Fourth stage: evaluate the bonding stability between zirconia and resin cement using a MDP-based primer or a high power laser, after thermal cycling.

**MATERIAL AND METHODS:** BS Y-TZP specimens were prepared with dimensions of 6x6x3mm, and for FS test with 2,5x4,5x20 mm. In the first stage the surface treatments of the specimens were JAT+ Signum Zirconia Bond (SZB - Heraeus), tribochemical silicatization using Rocatec (ROC - 3MEspe) and control (CO - without treatment). In the second stage the primers used were Alloy-Primer (AP - Kuraray), SZB, Z-Prime Plus (ZP - Bisco), and the resin cements: Panavia F (Kuraray), NX3 (Kerr), set (SDI), Multilink (Ivoclar). During the third stage the tribochemical silicatization was performed using ROC. The shear bond strength device standardized was used to evaluate the BS of second, third and fourth stage. Test data for BS, SR were analyzed by ANOVA and Tukey test ( $\alpha = 0.05$ ) and FS by Kruskal-Wallis test ( $\alpha = 0.05$ ).

**RESULTS:** first Stage: the microshear test groups behave as follow: JAT+SZB > ROC > CO, and for the other two shear tests following the ranking were obtained: JAT+SZB = ROC > CO. Second stage: the SZB showed higher BS for all cements when compared to control groups. The ZP values increased for Panavia F and NX3. AP values increased only for the set cement. Third stage: BS values for JAT and Er:YAG were similar to ROC, and Nd:YAG was higher compared to the ROC. When evaluated by SR: Nd:YAG > Er:YAG > JAT > ROC, while for FS: ROC > JAT = Nd:YAG = Er:YAG. Fourth stage: after the shear test the following ranking was

obtained: Nd:YAG 24h> Nd:YAG thermocycled = SZB 24h> SZB thermocycled.  
CONCLUSIONS: shear bond strength test with standardized device showed similar result to the conventional shear bond strength, and it can be considered a viable method for evaluating the BS. Treatment with Nd:YAG before the final sintering was effective in BS.

Keywords:Y-TZP zirconia, surface treatment, metal primer, bond strength, thermocycling.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA .....</b>	<b>17</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>25</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>26</b>
<b>5 RESULTADOS.....</b>	<b>37</b>
<b>6 DISCUSSÃO .....</b>	<b>50</b>
<b>7 CONCLUSÕES .....</b>	<b>59</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>60</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são os materiais de escolha para uma reabilitação protética dentária por apresentarem muitas propriedades invejáveis. Dentre elas estão: a estética, a resistência à abrasão, a biocompatibilidade, o pouco acúmulo de placa, a baixa condutibilidade térmica e a estabilidade de cor (1, 2). Com o aumento da exigência estética, buscou-se alternativas para a eliminação das estruturas metálicas. Como resultado, surgiram os materiais cerâmicos com alto conteúdo cristalino, entre eles a zircônia (zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria - Y-TZP), que se destaca por de apresentar excelentes propriedades mecânicas dentre os materiais cerâmicos (3).

Um dos principais motivos para o aumento do emprego da Y-TZP foi a popularização dos sistemas CAD/CAM (4), sistema que consiste no escaneamento do preparo do dente, a infraestrutura é desenhada com o auxílio do software sobre essa imagem obtida, para então os blocos de cerâmicas pré-sinterizados serem usinados. A usinagem é realizada com um aumento de cerca de 25%, já se prevendo contração do material após a sinterização. Isso eliminou a dificuldade do processamento desse resistente material (5).

Entretanto a grande desvantagem da zircônia Y-TZP é o baixo potencial de adesão aos cimentos resinosos. Ao contrário das porcelanas convencionais onde a fase vítrea pode ser condicionada pelo ácido fluorídrico (HF), criando-se retenções mecânicas na superfície interna da peça (6), a zircônia Y-TZP possui alto teor de conteúdo cristalino, sem nenhuma fase vítrea nas bordas dos “grãos cristalinos” (7). Assim, esta é inerte ao condicionamento ácido, e sua molhabilidade junto ao agente de união fica prejudicada (8).

O sucesso clínico das próteses cerâmicas também esta relacionado ao processo de cimentação (9, 10). Por isso os cimentos resinosos são considerados os materiais de eleição para este procedimento, por apresentarem um melhor selamento marginal, retenção e aumento da resistência à fratura (11). Porém, aliados à escolha do cimento deve-se considerar outros cuidados, como o

tratamento de superfície da cerâmica, que pode atuar juntamente com o cimento resinoso para obtenção de uma efetiva adesão.

Na tentativa de aumentar a retenção mecânica entre o cimento e a zircônia, vários tratamentos são sugeridos na literatura, sendo um dos mais populares o jateamento com óxido de alumínio (JAT). Este apresenta como vantagem a facilidade de aplicação no ambiente odontológico (12). O tratamento de abrasão triboquímica com partículas óxido de alumínio revestidas por sílica (ROC - Rocatec-3M), tem sido relatado na literatura com resultados bastante interessantes. Tal método promove uma superfície de sílica sobre a zircônia, resultando não só no preparo da superfície para silanização, como também criando micro-retenções mecânicas (13, 14). Os lasers de alta potência também têm sido sugeridos como método alternativo para se aumentar a rugosidade de cerâmicas, melhorando sua adesão (15, 16).

A utilização dos primers com grupamento fosfato, que teriam afinidade química aos óxidos de zircônia, são relatados na literatura com bons resultados. O mais utilizado é o MDP (10-Metacrilolixidecil dihidrogênio fosfato) (17-19) apresentado em um frasco único, presente em cimentos resinosos e sistemas adesivos. Um novo primer composto por uma mistura de monômeros de ácido carboxílico e organofosfato, parece também promover uma melhora nos resultados de união (20).

Recentemente alguns trabalhos relacionaram tratamentos de superfície como jateamento com óxido de alumínio (21, 22) e lasers de alta intensidade (23) na zircônia Y-TZP antes de sua sinterização final, porém nenhum deles apresenta resultados diferentes dos tratamentos realizados após a sinterização final, havendo ainda uma lacuna a respeito da relação desses tratamento na literatura.

Várias metodologias são sugeridas na literatura para avaliar a resistência de união (RU) entre os cimentos resinosos e os materiais cerâmicos: o cisalhamento, microcisalhamento, tração e microtração. O teste de cisalhamento é amplamente utilizado, porém pode resultar em esforços mecânicos de clivagem, tração e compressão na área de união (24). Foram introduzidos os micro-testes propondo uma menor área de união (0,5 a 1 mm<sup>2</sup>), considerando que quanto menor a área, menor a probabilidade de se encontrar defeitos de união. Entretanto há apenas um

trabalho na literatura que compara os testes de cisalhamento com o de microtração em materiais cerâmicos com alto teor cristalino. Contudo os autores relatam não haver diferenças entre os métodos (25).

Portanto, pesquisas laboratoriais ainda se fazem necessárias, ainda não há um consenso de qual seria a técnica mais indicada para favorecer a RU entre os cimentos resinosos e a zircônia Y-TZP antes ou após a sua sinterização final, bem como qual o melhor teste para se avaliar essa união.



## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÍTRIA – Y-TZP

A zircônia pura é uma cerâmica polimórfica que apresenta três formas cristalinas: 1) cúbica (C), 2) a tetragonal (T) e 3) a monoclinica (M). A forma cúbica é estável acima de 2370 ° C e tem propriedades mecânicas moderadas. A forma tetragonal é estável entre 1170 ° C e 2.370 ° C e permite uma cerâmica com melhores propriedades mecânicas, enquanto que a forma monoclinica, que é estável à temperatura ambiente até 1.170 ° C, apresenta redução do desempenho mecânico e pode contribuir para uma redução na coesão das partículas cerâmicas e na densidade (26).

O uso da zircônia tetragonal parcialmente estabilizada em temperatura ambiente somente é possível através da adição de óxidos metálicos como a ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), magnésia (MgO) e a céria (CeO) (27), A zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) se tornou uma alternativa popular à alumina como cerâmica estrutural, isto porque, além de ser biocompatível, apresenta maior resistência à flexão e maior tenacidade à fratura (28).

A zircônia Y-TZP é utilizada há muitos anos na área médica, na fabricação de dispositivos ortopédicos há mais de 20 anos, na odontologia como pinos intraradiculares desde 1989, como bráquetes ortodônticos desde 1994, para abutments de implantes desde 1995 e em restaurações totalmente cerâmicas desde 1998 (29).

A introdução de materiais cerâmicos à base de zircônia despertou um considerável interesse da comunidade odontológica, pelas propriedades mecânicas incomparáveis a qualquer outro material cerâmico até então. Isso permitiu uma redução considerável na espessura da estrutura das próteses parciais fixas se tornando muito atraente nas próteses dentárias, onde a resistência e estética são fundamentais (28).

A zircônia Y-TZP tem como característica interessante o mecanismo de tenacificação de transformação de fase induzida por tensão. Quando uma trinca começa a se propagar, essa faz com que as partículas tetragonais próximas a ponta da trinca mantidas metaestavelmente sofram transformação para a fase monoclinica (t m) estável, promovendo um aumento volumétrico de 3-4%, que resulta em tensões de compressão que irão se opor à trinca ou dificultar a sua propagação (30, 31).

Porém, enquanto a maioria das cerâmicas odontológicas atuais demonstram uma excelente durabilidade química *in situ*, a zircônia Y-TZP quando exposta em ambiente aquoso acima de 100° C por longo período de tempo, apresenta-se instável, pois parece ocorrer 'a transformação de fase de t m (32), essa transformação é controlada pela difusão de água e pode ser acompanhada por um microfissuramento extenso, levando a degradação da sua resistência (33, 34). Drumond (35) observou a significativa diminuição na resistência da zircônia Y-TZP após o envelhecimento entre 140 à 304 dias *in vitro*, independente da solução utilizada.

## 2.2 ADESÃO A ZIRCÔNIA Y-TZP: TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E AGENTES DE UNIÃO

### 2.2.1 Jateamento com partículas de óxido de alumínio (JAT)

Com o intuito de melhorar a RU entre os cimentos resinosos e as próteses com estrutura em zircônia, o JAT é sugerido por alguns trabalhos, podendo o apresentar partículas abrasivas com tamanhos entre 50 a 250 µm. Este tratamento tem como finalidade aumentar a rugosidade da zircônia, criando microretenções e aumentando a área de contato com o cimento (21, 36-39).

Sua indicação ainda é controversa, pois apesar de alguns autores considerarem que este tipo de alteração superficial é imprescindível para se atingir uma união durável á zircônia (36) e obterem valores de RU positivos(37, 38), outros

trabalhos relatam resultados não tão satisfatórios quando comparados a outros tratamentos (13, 40).

Além disso, devido à metaestabilidade tetragonal da zircônia, o estresse gerado pelas partículas de óxido de alumínio induziria a transformação de fase da zircônia t m, com aumento volumétrico levando a formação de tensões de compressão na superfície e aumentando, assim, a resistência à flexão (41, 42), mas também alterando a integridade do material e aumentando sua susceptibilidade ao envelhecimento (28, 43). Ou seja, com o aumento volumétrico, os cristais de zircônia acabam se deslocando, criando espaço no material, possibilitando a entrada de fluídos da cavidade oral, o que, ao longo prazo, desencadearia uma reação em cadeia, com indução dos cristais mais internos a transformação de fase, diminuindo a resistência do material (23, 44).

Kosmac et al. (42) relatou um declínio na confiabilidade, através da diminuição no módulo de Weibull ( $m= 11$  para grupo controle e 7,5 para JAT) nos espécimes de zircônia jateados com partículas com  $110 \mu\text{m}$ , esta deterioração estaria relacionada diretamente com os danos originados na superfície da cerâmica. Segundo o mesmo autor, estas falhas poderiam ser intensificadas quando expostas a um ambiente úmido sob carga cíclica. Nesse sentido, seguindo o mesmo raciocínio, Zhang et al. (45) relataram a diminuição de 20-30% na força de resistência da Y-TZP jateada com partículas de  $50 \mu\text{m}$  a 2,8 bar de pressão. Esse declínio poderia ser explicado pela formação de microtrincas ( $> 4 \mu\text{m}$ ) (46).

### **2.2.2 Abrasão Triboquímica com revestimento de sílica (ROC)**

O JAT seguido pela ROC é considerado por alguns autores e fabricantes como o tratamento padrão ouro quando se busca maior adesão em zircônia (47-49). Para este tipo de abrasão faz-se uso de partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, podendo se utilizar dois tamanhos de partículas, 30 ou  $110 \mu\text{m}$ .

O objetivo deste tratamento seria formar uma fina camada de sílica na superfície das cerâmicas com grupamento hidroxila livre suficiente para o silano poder agir como elemento de ligação entre a zircônia e o cimento. Somando a isso,

esta também criaria retenções micromecânicas. Esta camada de sílica seria resultado do impacto das partículas de óxido de alumínio recobertas por sílica, levando a fusão de uma fina camada de sílica de aproximadamente 15  $\mu\text{m}$  (40).

Embora vários trabalhos relatem um aumento significativo da RU após este tratamento (40, 47-49), Re et al. (50) e Chai et al. (51) não observaram diferenças quando comparada ao grupo sem tratamento. Além disso Attia (52) e Attia et al. (53) observaram uma diminuição significativa nos valores de RU após termociclagem.

### 2.2.3 Lasers de alta intensidade

A palavra Laser é um acrônimo de *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*, ou seja, amplificação da luz pela emissão estimulada de radiação. Trata-se de um dispositivo que produz radiação eletromagnética com características específicas: monocromática (comprimento de onda muito bem definida), coerente (relações de fase bem definidas) e colimada (propaga-se como um feixe) (54).

O que diferencia os vários tipos de lasers é o comprimento de onda de luz. Esse comprimento vai determinar a interação com a superfície de diferentes substratos. Entre eles os mais utilizados para tratamento de superfície das cerâmicas odontológicas são o Nd:YAG, Er:YAG e CO<sub>2</sub>.

O laser Er:YAG é muito empregado na odontologia, devido ao seu mecanismo de ablação termomecânica e sua elevada interação com a água em razão do seu comprimento de onda (55). Segundo um estudo anterior, o Er:YAG utilizado com altas densidade de energia 400-600 mJ levaria a uma deterioração excessiva do material, porém irradiação a 200 mJ causaria suaves alterações no relevo das superfícies, com características intermediárias entre a abrasão a ar e maiores densidades de energia (15). Akin et al. (56) obtiveram resultados positivos para o tratamento com Er:YAG na adesão da zircônia junto ao cimento resinoso. Entretanto, para Foxton et al. (57), o tratamento com o mesmo laser não resultou em uma união da interface durável na interface zircônia/cimento, além de criar áreas de fissuras.

O laser de Nd:YAG possui comprimento de onda de 1,064 nm, e foi

introduzido por Li et al. ao condicionar cerâmica feldspática, encontrando valores de RU semelhantes ao condicionamento com ácido fluorídrico. Para Paranhos et al. (58) o laser de Nd:YAG criou uma consistente rugosidade superficial na zircônia e aumentou significativamente os valores para o teste de cisalhamento, resultados semelhantes aos encontrados por Akin et al. (59). Porém, Akyl et al. (16) não encontraram diferenças nos valores de RU para os grupos que utilizaram esse laser quando comparado ao grupo sem tratamento. Noda et al. (60) conclui que este laser não deveria ser utilizado junto a zircônia tetragonal, porque induziria a formação de defeitos, reduzindo a resistência mecânica consequentemente.

Os lasers, assim como o JAT e ROC, teriam como inconveniente a indução da transformação de fase da zircônia t<sub>m</sub> e também poderiam levar a formação de microtrincas.

#### **2.2.4 Tratamento na zircônia pré-sinterizada**

Recentemente alguns estudos propuseram um novo modo de realizar o tratamento de superfície da zircônia. Estes procedimentos seriam realizados na zircônia pré-sinterizada, ou seja, antes do ciclo de sinterização final. Monaco et al. (21) foi pioneiro. Os autores avaliaram o efeito do JAT na Y-TZP antes e após sua sinterização, e como resultado, não encontraram diferenças. Moon et al. (22) também avaliaram o efeito do JAT antes e após a sinterização, porém, para o grupo tratado antes da sinterização, foram utilizadas partículas de óxido de alumínio de 70 µm e, para o grupo sinterizado, partículas de 50 µm. Essa diferença foi justificada devido a contração de polimerização da Y-TZP durante a sinterização. Os autores não encontraram diferenças nos valores de RU, mas, segundo a análise de difração de raios X, o conteúdo monoclinico foi encontrado apenas para o grupo tratado após a sinterização, indicando que o processo de sinterização provavelmente reverteria o processo m<sub>t</sub>. Silva (23) também avaliou tratamentos de superfície na Y-TZP pré-sinterizada utilizando lasers de Nd:YAG (1,2 W - 20Hz e 1,6 W - 20Hz) e Er,Cr:YSSG (3W - 20Hz), entretanto, os valores de RU se mostraram inferiores ao grupo de Y-TZP sinterizada tratado com abrasão triboquímica.

### 2.2.5 Primers metálicos

Os primers metálicos foram desenvolvidos para alcançar a melhor adesão química entre o cimento resinoso e as estruturas metálicas (61, 62). Inicialmente, os primers foram indicados para reparação de próteses fixas metalocerâmicas fraturadas, com metal exposto (63).

O monômero MDP tem se mostrado efetivo em criar uma forte ligação entre o cimento resinoso e a zircônia, assim como em outras ligas e metais puros (64) Esta união ocorre pois o monômero éster fosfato se liga diretamente aos óxidos metálicos da zircônia. Em outras palavras, ocorre a reação entre os grupos hidroxila do monômero MDP e os grupos hidroxila da superfície da zircônia (65, 66). Yoshida et al. (67) citam que, quando não há aplicação prévia de um primer contendo MDP, não se faz necessária a utilização de um cimento resinoso com esse monômero.

O primer mais antigo e citado em trabalhos é Alloy Primer (Kuraray Dental, Osaka, Japão), composto por MDP e VBATDT (6-[N-(4-vinilbenzil) propilamino]-1,3,5-triazina 2,4-ditiona) em acetona. O monômero VBATDT contém sulfetos com o propósito de promover a adesão às ligas de metais nobres (38). Lorenzoni et al. (18) sugere que o MDP auxilia na reação do VBATDT com os óxidos de metais preciosos, o que melhoraria a resistência da ligação, obtendo ótimos valores de união (18, 38, 68).

O Z-Prime Plus (Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA) é outro primer metálico desenvolvido especificamente para melhorar a adesão entre a Y-TZP e o cimento resinoso. É composto por uma mistura de monômeros de ácido carboxílico e organofosfato (MDP). Piascik et al. (69) verificaram o ângulo de contato deste produto antes e depois da limpeza da superfície com álcool e este ângulo não variou. Assim os autores sugerem que isto demonstra a forte ligação química com a Y-TZP. Os mesmos autores relatam um aumento nos valores de adesão quando comparados ao grupo sem tratamento e a um outro produto à base de MDP, concordando com os achados de Magne et al. (20).

Recentemente um novo primer também à base de MDP foi introduzido no mercado o Signum Zirconia Bond (Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha). Este produto,

diferentemente dos outros, é composto por um primer e *bond*. O primer é composto por acetona, MDP e ácido acético, e o *bond*, por metacrilato de metila e difenil oxido fosfeno. Segundo Ural et al. (19) a acetona melhora a molhabilidade da superfície da zircônia e o metacrilato de metila no *bond* pode reagir com metacrilato presente no cimento resinoso, aumentando a adesão entre a resina e a cerâmica.

### 2.3 CIMENTOS

Os cimentos resinosos apresentam maior resistência à flexão (70) quando comparados aos outros tipos de cimentos, visam a melhor distribuição das tensões e menor probabilidade de falha. Esses se diferenciam das resinas compostas para restauração pelo menor percentual de partículas de carga incorporadas à matriz orgânica, com o objetivo de adequar a melhor viscosidade durante o procedimento (71).

Atualmente os cimentos resinosos são classificados em dois tipos: os tradicionais que requerem condicionamento ácido do substrato dental e aplicação de um sistema adesivo e os denominados de passo único, auto-adesivo ou universal. Estes últimos cimentos são de dupla ativação e ganharam muita popularidade nos últimos anos, decorrente principalmente pela facilidade da aplicação. O primeiro cimento desse gênero foi o Rely X Unicem (3M Espe), é composto por uma resina à base de metacrilato modificado por um grupamento fosfato, e durante a sua mistura desencadearia uma diminuição do pH para aproximadamente 2, o que tornaria possível o condicionamento da dentina superficial, infiltrando na *smear layer*, criando uma retenção micromecânica (72, 73).

Os cimentos resinosos que necessitam de condicionamento ácido e aplicação de adesivo apresentam como desvantagens frente aos auto condicionantes, além do maior tempo clínico, a sensibilidade pós-operatória, porém não foi comprovado por Perdigão (74). Estes cimentos podem ter sua reação de polimerização iniciada por produtos químicos, por luz ou por ambos (dupla ativação).

Os cimentos quimicamente ativados também denominados auto-polimerizados, iniciam sua polimerização por uma reação base-catalizador, formada

pela mistura de duas pastas, um iniciador de cura, geralmente o peróxido de benzoíla, e um ativador, uma amina terciária. Esses cimentos seriam indicados para locais onde a luz para ativação teria dificuldade de penetrar. Além disso, teriam como inconveniente a falta de controle do tempo de trabalho e a possível incorporação de bolhas, diminuindo suas propriedades mecânicas (75).

Os cimentos resinosos polimerizados exclusivamente por luz possuem seu uso limitado à cimentação de facetas e restaurações indiretas de pequenas espessuras onde a luz possa alcançar o cimento para iniciar a reação. Porém, quando comparados a outros cimentos, podem oferecer como vantagens clínicas como o melhor controle do tempo de trabalho e estabilidade da cor (76).

A maioria dos cimentos disponíveis no mercado são de polimerização dupla, compostos de duas pastas, uma pasta base (peróxido de benzoíla) e uma pasta catalisadora (amina terciária e fotoiniciadores). São indicadas em restaurações onde as características do material podem impedir a transmissão de luz suficiente ao cimento. Nestas situações, a intensidade da luz que atinge o cimento pode ser suficiente para desencadear o processo de polimerização, porém a reação química (auto-polimerização) pode assegurar a polimerização total do material (76). Com a finalidade de aumentar a união química entre a dentina e as estruturas metálicas, foi adicionado aos cimentos à base de Bis-GMA um éster fosfato no componente monomérico (77).



### 3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos desse trabalho foram:

1. Validar o teste de cisalhamento utilizando um novo dispositivo de padronização da SDI, comparando com os resultados de RU obtidos dos testes de cisalhamento convencional e microcisalhamento da interface zircônia Y-TZP/cimento resinoso, testando a hipótese de que os três testes apresentam o mesmo ranqueamento para os tratamentos avaliados.

2. Avaliar o efeito de três primers à base de MDP na RU entre zircônia Y-TZP e diferentes tipos de cimentos resinosos. A hipótese a ser testada é a de que os grupos tratados com os primers resultam em maior RU quando comparada ao grupo sem tratamento.

3. Avaliar o efeito de dois lasers de alta intensidade Nd:YAG e Er:YAG e do JAT na superfície da zircônia Y-TZP antes da sua sinterização final e do ROC após a sinterização final, por meio da resistência à flexão, rugosidade superficial e RU. As hipóteses a serem testadas são: os tratamentos realizados antes da sinterização final da zircônia apresentariam valores de resistência à flexão, rugosidade superficial e RU diferentes a ROC.

4. Avaliar a estabilidade da RU na interface Y-TZP/cimento resinoso de um primer à base de MDP e de um laser de alta potência após a termociclagem, testando a hipótese que os valores de união diminuirão após a termociclagem.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Este estudo foi delineado em 4 etapas:

**1ª Etapa:** Os fatores avaliados nesta etapa foram: 1) testes de RU em três níveis (cisalhamento convencional, cisalhamento com dispositivo da SDI e microcisalhamento); 2) tratamento superficial da zircônia Y-TZP em três níveis (sem tratamento – CO, Rocatec Plus - ROC e jateamento com óxido de alumínio + aplicação do Signum Zirconia Bond – JAT+SZB). Formando ao final um total de 9 grupos (n=5). O cimento resinoso utilizado nesta etapa foi o seT (ST). A variável de resposta foi a resistência de união (MPa).

**2ª Etapa:** Os fatores avaliados nesta etapa foram: 1) aplicação de primers em quatro níveis (sem tratamento – CO, Alloy Primer - AP, Z-Prime Plus - ZP e Signum Zirconia Bond - SZB); 2) cimento resinoso em 4 níveis (ST, NX3 – NX , Multilink - ML e Panavia F - PF). Formando ao final um total de 16 grupos (n=5). A variável de resposta foi a RU ao cisalhamento SDI (MPa).

**3ª Etapa:** O fator avaliado nesta etapa foi o tratamento superficial da zircônia Y-TZP em 4 níveis (ROC na zircônia após a sinterização e laser Nd:YAG, laser Er:YAG, JAT na zircônia antes da sua sinterização final). Formando ao final um total de 4 grupos. O cimento resinoso utilizado nesta etapa foi o Panavia F. As variáveis de resposta foram a RU ao cisalhamento SDI (MPa), rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ) e resistência à flexão (MPa).

**4ª Etapa:** Os fatores avaliados nesta etapa foram: 1) tratamento superficial da zircônia Y-TZP em 2 níveis (SZB e o laser Nd:YAG antes da sua sinterização final e após a sinterização); 2) termociclagem em 2 níveis (presente e ausente). Formando ao final um total de 4 grupos (n=10). O cimento resinoso utilizado nesta etapa foi o Panavia F. A variável de resposta foi a RU ao cisalhamento com dispositivo de padronização SDI (MPa). Os tratamentos superficiais utilizados nesta etapa foram escolhidos com base nos resultados da 2ª e 3ª etapas.

## 4.2 MATERIAL

<b>Produto</b>	<b>Composição</b>	<b>Fabricante</b>
<b>Bloco de Zircônia Lava</b>	ZrO <sub>2</sub> , Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , HF, zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria	3M-ESPE, St Paul, MN EUA
<b>Óxido de alumínio</b>	Partículas de óxido de alumínio 110 µm	N. Martins e Teixeira Ltda, Colombo, PR, Brasil
<b>Rocatec Plus</b>	Partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica 110 µm	3M-ESPE, St Paul, MN USA
<b>RelyX Ceramic Primer</b>	Solução hidrolizada de fase única	3M-ESPE, St Paul, MN USA
<b>Alloy Primer - AP</b>	Acetona, 10-MDP, VBATDT	Kuraray, Osaka, Japão
<b>Z-Prime Plus - ZP</b>	Dimetacrilato de bisfenol, metacrilato hidroxietil, etanol	Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA
<b>Signum Zirconia Bond - SZB</b>	Primer: Acetona, 10-MDP, ácido acético. Bond: metacrilato de metila, difenil oxido fosfeno	Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Alemanha
<b>NX3 - NX</b>	BisGMA, UDMA, EBPADMA, TEGDMA, canforoquinona, sílica coloidal	Kerr Corp., Orange, CA, EUA
<b>Multilink - ML</b>	Matriz orgânica de Bis-EMA, etoxilado, UDMA, Bis-GMA, HEMA, Partículas inorgânicas de vidro de bário, trifluoreto de itérbio, óxidos esféricos mistos.	IvoclarVivadent, Schaan, Lichtenstein
<b>Panavia F - PF</b>	BPEDMA, MDP, DMA, vidro Ba-B-Si, sílica, fotoiniciadores e iniciadores químicos.	Kuraray, Osaka, Japan
<b>seT PP - ST</b>	Bis-GMA, TEGDMA, MPE	SDI Limited, Bayswater, Victoria, Australia
<b>Esthet-X</b>	Bis-GMA, uretano modificado, Bis-EMA, TEGDMA	Dentsply/Caulk, Milford, DE, USA

Quadro 4.1- Descrições dos materiais utilizados neste estudo, composição e fabricantes

### 4.3 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DE ZIRCÔNIA

Para realização das diferentes etapas, foram utilizados blocos de zircônia Lava (3M Espe), os quais foram seccionados com disco diamantado montado em cortadeira elétrica de alta precisão (Isomet 1000, Buehler, Germany). Para isso foram realizados cortes sucessivos até a obtenção de corpos de prova com dimensões aproximadas de 6x6x3 mm para os testes de RU e 2,5x4,5x20 mm para os testes de resistência à flexão. Essas medidas foram definidas considerando-se que a zircônia sofre uma redução de 25% em volume após a sua sinterização. Todos os corpos de provas receberam o polimento de suas superfícies com lixa de óxido de alumínio abrasivas com granulação de # 1200.

### 4.4 TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE DA ZIRCÔNIA ANTES DA SUA SINTERIZAÇÃO FINAL

#### 4.4.1 Irradiação com lasers de alta potência

Para os grupos irradiados com laser de Nd:YAG (Power Laser™ ST6, Lares Research®, Chico, CA, Estados Unidos), o qual emite fótons com comprimento de onda de 1.064 nm (diâmetro da fibra óptica de quartzo de 300 µm), os corpos de prova tiveram a superfície recoberta com pó de grafite, visando maior absorção de energia, seguindo o protocolo: 1,2 W de potência, 10 Hz de taxa de repetição, com 1 mm de distância, sem refrigeração, por 40 segundos de irradiação varrendo-se toda a superfície do corpo de prova. O grupo irradiado com o laser Er:YAG (Kavo Key 2, Kavo Co., Biberach, Alemanha) com 120mJ e taxa de repetição de 6Hz por 40 segundos, sob um *spray* de água de 5 mL/min. Um medidor de potência (Coherent, Newport, EUA) foi utilizado para observar perda de potência entre as irradiações.

#### **4.4.2 Jateamento com partículas de óxido de alumínio (JAT)**

Os corpos de prova de zircônia foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 110  $\mu\text{m}$  (JAT), a uma distância de 40 mm e uma pressão de 2,8 bar.

#### **4.5 SINTERIZAÇÃO**

Os corpos de prova foram sinterizados no forno Zyrcomat (Vita, Zahnfabrik, Alemanha), com ciclo de sinterização de 1530°C por 2 horas, taxa de aquecimento de 25°C/min e tempo de resfriamento de 7,5 horas (78).

#### **4.6 INCLUSÃO DOS ESPÉCIMES**

Após a sinterização, os corpos de prova para o teste de RU foram incluídos em tubos de PVC com 25 mm de diâmetro (3/4 de polegada) com resina acrílica quimicamente ativada (Jet – Artigos Odontológicos Clássico Ltda, Brasil) e divididos de acordo com o tratamento superficial, primer e cimento resinoso utilizado (Figura4.1).

#### **4.7 TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE DA ZIRCÔNIA APÓS A SUA SINTERIZAÇÃO FINAL**

##### **4.7.1 Abrasão Triboquímica com revestimento de sílica (ROC)**

O grupo que recebeu o Rocatec Plus (ROC), antes da sua aplicação, teve a superfície tratada com JAT, a uma distância de 40 mm e uma pressão de 2,8 bar. Após o ROC foi aplicado a uma distância de 10 mm da superfície, com 2.8 bar de

pressão seguindo as instruções do fabricante, para então receber uma camada de silano (Rely X Ceramic Primer).

#### 4.7.2 Aplicação dos Primers Metálicos

Alloy Primer (AP) foi aplicado sobre a superfície da zircônia com auxílio de *microbrush*, deixando agir por 60 s, seguido por um jato de ar por 10 s. O Z-Prime Plus (ZP) foi utilizado do mesmo modo, aplicado uma camada uniforme com auxílio do *microbrush*, deixando agir por 60s, seguido por um jato de ar por 10 s. O Signum Zirconia Bond (SZB) é composto de dois frascos, primeiro frasco contém primer à base de acetona, o qual foi aplicado com *microbrush* deixando agir por 60 s, seguido por um jato de ar de 10s. O segundo frasco contém o *bond* que foi aplicado com *microbrush* afim de formar uma camada uniforme e então fotopolimerizado por 40 s.

### 4.8 PREPARAÇÃO PARA OS TESTES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU)

#### 4.8.1 Preparação para o teste de cisalhamento com dispositivo de padronização da SDI

O teste de cisalhamento utilizando o dispositivo de padronização da SDI (*Southern Dental Industries, Victoria, Austrália*) que trabalha com o princípio de cilindro metálico e pinos de acrílico descartáveis. Sendo formado pelo conjunto:

- Cilindro metálico oco, com diâmetro externo de 4 mm e interno de 3,5 mm, com um anel externo metálico que divide na altura de 1/3 do cilindro (Figura 4.1B).
- Pino acrílico transparente com 3 mm de diâmetro, 3,8 mm de altura (Figura 4.1B).
- Dispositivo de cisalhamento metálico (Figura 4.1A).

Os corpos de prova foram montados no dispositivo de cisalhamento, seguidos pela colocação do cilindro metálico, que ficou sobre compressão junto ao corpo de

prova, devido ao anel externo do cilindro se encaixar justaposto à placa superior do dispositivo.

Após a espatulação do cimento resinoso, conforme instruções do fabricante, este foi colocado em uma das extremidades do pino acrílico e no interior do cilindro oco. O pino acrílico foi colocado no interior do cilindro, deixando bem próximo com a altura do cilindro (Figura 4.1C). O excesso de cimento foi removido, e o conjunto foi fotopolimerizado por 40 s.

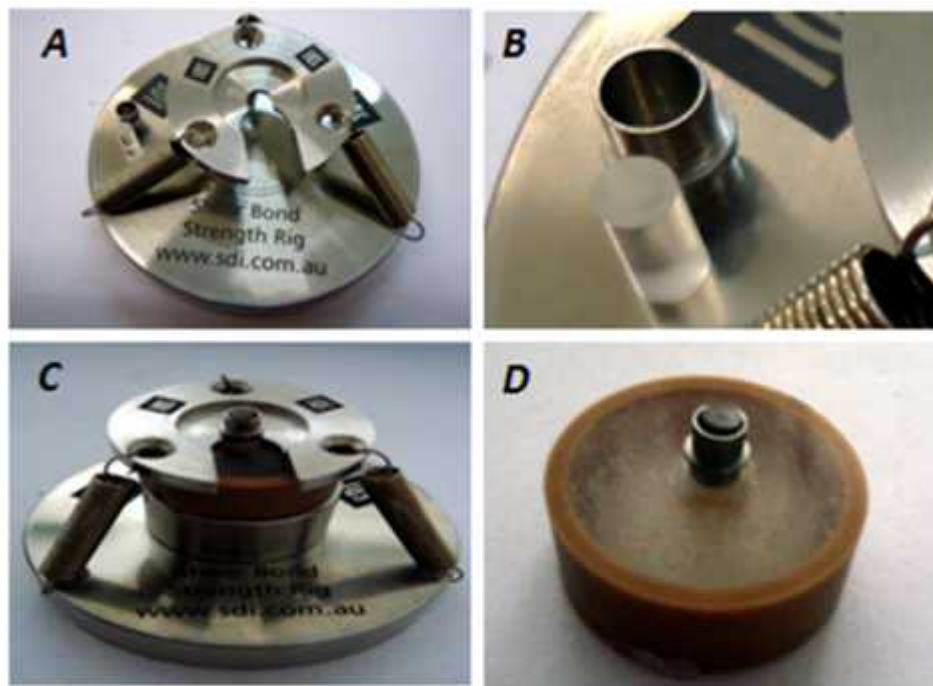


Figura 4.1 - A. Dispositivo de Cisalhamento SDI; B. Cilindro metálico e pino de acrílico; C. Dispositivo de cisalhamento montado; D. Corpo de prova pronto para o teste de cisalhamento

#### 4.8.2 Preparação para o teste de cisalhamento convencional

Para realização do teste de cisalhamento, cilindros de resina composta Esthet-X foram confeccionados com diâmetro de 3 mm e 4 mm de altura. Após a aplicação dos tratamentos de superfície, o cimento resinoso foi aplicado junto a extremidade dos cilindros, e em seguida foram colocados em contato com a superfície de zircônia. Os cilindros foram pressionados com peso constante de 300 g

por 30 s. Após a remoção dos excessos de cimento, este conjunto foi fotopolimerizado por 40 s.

#### **4.8.3 Preparação para o teste de microcisalhamento**

Após a realização dos tratamentos da primeira etapa, foram posicionados junto à superfície de cada corpo de prova três tubos de polietileno (Tygon, Norton Performance Plastic Co, Cleveland, OH, USA), com diâmetro interno de 0,76 mm e 0,5 mm de altura. Estes foram posicionados nas superfícies dos corpos de prova, preenchidos com cimento resinoso ST e fotopolimerizados por 40 s. Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada à temperatura de 37°C em estufa por 24h. Decorrido este período, os tubos plásticos foram cortados e removidos com o auxílio de uma lâmina de bisturi.

#### **4.9 TERMOCICLAGEM**

Os grupos selecionados para a quarta etapa, foram escolhidos com base nos resultados das etapas 2 e 3. O cimento de escolha foi o Panavia F, utilizando o dispositivo de padronização utilizado foi o da SDI. A termociclagem foi realizada com 6.000 ciclos térmicos em água destilada à 5° C e 55° C, com 30 segundos de permanência em cada banho.

#### **4.10 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU)**

Os testes de resistência ao cisalhamento (Figura 4.1D) foram realizados na máquina de ensaios universal (Kratos, IKCL3 - USB, Brazil). Os corpos de prova foram adaptados a uma matriz metálica de modo a ficar verticalmente à máquina e paralelamente à faca de ponta reta. A força de cisalhamento foi aplicada até que ocorrer a fratura entre o cimento e a Y-TZP, à velocidade constante de 0,5 mm/minuto. O teste de microcisalhamento foi realizado com o auxílio de um fio



ortodôntico de aço inoxidável de 0,2 mm de diâmetro (Morelli Ortodontia, Sorocaba, BR), o qual foi preso ao prolongamento superior da célula de carga da máquina e simultaneamente ao cilindro de cimento resinoso. O fio foi mantido em contato com o semicírculo inferior dos cilindros e também com a superfície da Y-TZP e o teste de microcisalhamento foi então realizado (0,5 mm/min).

#### 4.10.1 Conversão de valores

Os valores de RU foram obtidos através da mensuração da carga necessária para provocar o início da fratura e foram expressos em quilograma/força (Kgf). Para a conversão em Mega-Pascal (MPa) a seguinte fórmula foi utilizada:

$RU = F/A$ , onde: RU é a resistência de união (MPa); F (Kgf), a fora aplicada; A a área de união ( $mm^2$ ) ( $A = \pi r^2$ ).

#### 4.11 ANÁLISE DO MODO DE FRATURA

O modo de fratura de cada espécime foi determinado utilizando um estereomicroscópio com aumento de 40x (modelo SZ61, Olympus Inc., Tokio, Japão) equipado com uma câmera CCD (Q-Color 3, Olympus), e classificado como: (1) falha adesiva entre cimento/zircônia; (2) falha coesiva em cimento; (3) falha mista, com falhas adesiva e coesiva na mesma superfície de fratura.

#### 4.12 ANÁLISE DAS TENSÕES DOS TESTES DE CISALHAMENTOS MEDIANTE À ANÁLISE DE ELEMENTOS FINITOS

Foram confeccionados modelos tridimensionais dos testes de cisalhamento convencional e cisalhamento com o dispositivo de padronização da SDI, com o software Rhino3D 4.0 (Rhinoceros, USA) baseando-se nas dimensões dos corpos de prova experimentais. As curvas que compõe os modelos foram exportadas para o programa MSC.PATRAN sob o formato .IGS, onde sobre as curvas foram geradas

superfícies que deram origem aos diferentes sólidos que fazem parte da geometria. Apenas um hemi-modelo foi gerado e aplicado à condição de simetria por meio da restrição dos nós no eixo Y na região que divide o hemi-modelo. A malha foi construída ainda no software MSC-Patran com elementos tetraédricos de 4 nós. O controle de malha foi realizado com ferramentas específicas do próprio software a fim de se obter uma malha com adequada conectividade entre as estruturas, sendo mais refinada nas áreas de interesse. Para as etapas de caracterização dos modelos e condições de contorno, os modelos foram transferidos ao pré-processador MSC-Mentat. Os modelos foram considerados elásticos, homogêneos, isotrópicos (as propriedades inseridas estão na tabela 4.2). Uma carga de 150 N foi aplicada a uma distância de 0,3 mm da zircônia, dividida em três nós, de forma similar ao que foi realizado nos testes laboratoriais.

Tabela 4.2 – Valores de módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (N)

Material	Propriedades	
	E (Gpa)	N
Zircônia	205	0,32
Cimento Resinoso	5,1	0,18
Resina Composta	16,6	0,24
Cilindro Metálico	200	0,26
Pino de Acrílico	2,84	0,4

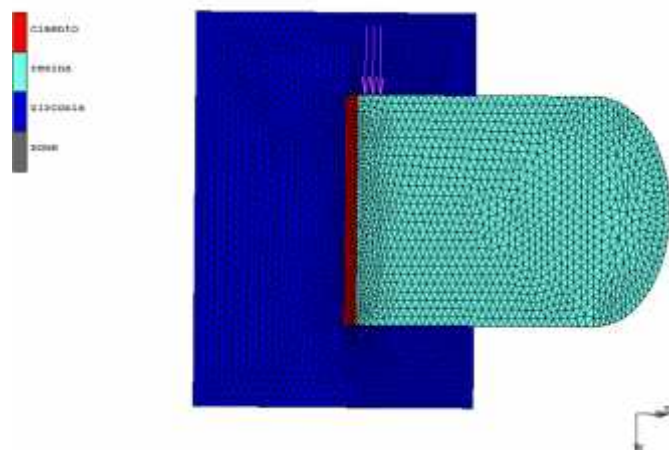


Figura 4.2 – Modelo do corpo de prova para o teste de cisalhamento convencional.

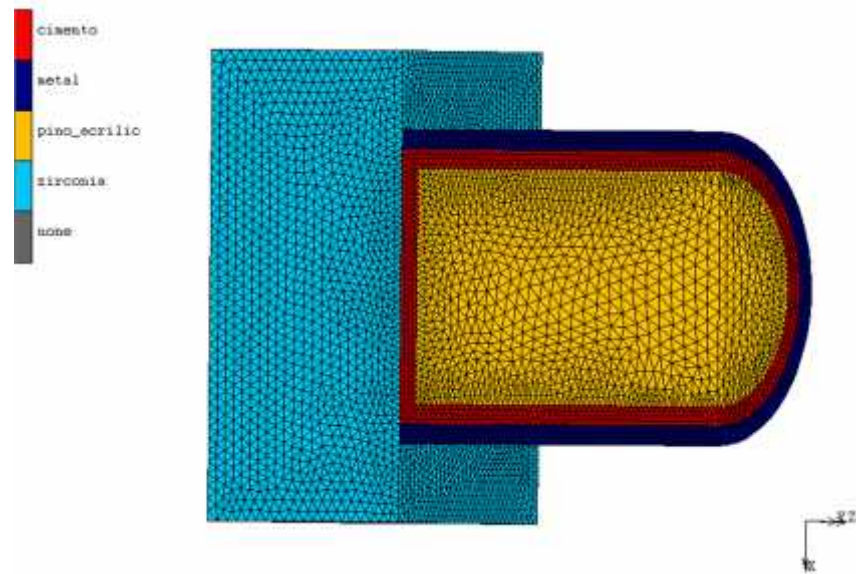


Figura 4.3 - Modelo do corpo de prova com o dispositivo de padronização para o teste de cisalhamento

#### 4.13 TESTE DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

O teste de resistência à flexão foi realizado na terceira etapa com os corpos de prova retangulares ( $n = 10$ ; 16 mm de comprimento, 3,6 mm de largura, 2 mm de espessura) em uma máquina de ensaios universal (Instron 5565, Canton, Massachus, EUA). O valor máximo atingido pelo espécime antes da ruptura foi utilizado para o cálculo da resistência à flexão, através da seguinte fórmula:

$$R_f = \frac{3 \times C \times L}{2 \times b \times h^2}$$

onde:  $R_f$  é a resistência à flexão (MPa),  $C$  é a carga máxima (N),  $L$  é a distância entre os apoios (mm),  $b$  é a largura do espécime (mm) e  $h$  é a espessura do espécime (mm).

#### 4.14 AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL

A avaliação da rugosidade superficial na terceira etapa foi realizada com o auxílio de um rugosímetro de contato (Surfest SJ-301, Mitutoyo, Japão) após a sinterização final dos corpos de provas e da realização de todos os tratamentos de superfície. Para a realização das leituras, tomou-se o cuidado de manter todas as superfícies planas e paralelas. O valor da rugosidade média ( $R_a$ ) foram obtido pela média de 5 leituras a cada 0,25 mm de cada corpo prova. Para cada grupo foram realizadas 5 repetições, a partir dos quais foi calculada a média para a realização da análise estatística.

#### 4.15 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As amostras confeccionadas para microscopia foram colocadas em ultra-som para limpeza da superfície, em seguida fixadas em *stubs* metálicos. Apenas as amostras de zircônia não sinterizadas foram recobertas com ouro, para então serem analisadas em microscópio eletrônico de varredura sob aumentos de 100x e 1000x.

#### 4.16 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados apresentaram distribuição normal/homocedasticidade de acordo com testes de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) e de homocedasticidade (Bartlett ou Levene, dependendo do resultado do teste de normalidade). Em seguida, foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e complementado pelo teste de Tukey para contraste entre as médias, com nível global de significância de 5%. Porém quando os dados não apresentaram distribuição normal e nem se apresentaram homocedásticos, foi realizado o teste de Kruskal-Wallis. Todas as análises estatísticas foram realizadas no programa Minitab 16 (Minitab Inc., Pensilvânia, USA).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 PRIMEIRA ETAPA: TESTES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU)

#### 5.1.1 ANOVA de dois fatores

Nesta primeira etapa avaliaram-se dois fatores: teste de união (cisalhamento convencional, microcisalhamento e o cisalhamento da SDI) e tratamentos de superfície (CO, ROC e JAT + SZB). Os dados foram descritos pelos parâmetros de média e desvio padrão, mostrados em tabela 5.1. A distribuição dos dados não seguiu os padrões de normalidade  $p < 0,05$  ( $p=0,032$ ), no entanto apresentaram-se homocedásticos, após o teste de Levene  $p < 0,05$  ( $p=0,312$ ).

A análise de variância (ANOVA) demonstrou diferença estatisticamente significativa para a interação teste de união x tratamento de superfície ( $p=0,002$ ). Tabela 5.1 apresenta os resultados de comparações múltiplas pelo teste de Tukey.

O teste de microcisalhamento encontrou diferenças estatisticamente significantes entre os três grupos de tratamentos, já os testes de cisalhamento e cisalhamento da SDI não encontraram diferenças estatísticas significantes entre os grupos Jat+SZB e ROC, mas apenas dos dois tratamentos para os grupos controles.

Tabela 5.1 - Médias dos valores de RU (MPa), desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamentos	Cisalhamento	Cisalhamento SDI	Microcisalhamento
JAT+SZB	14,58 (4,32) C	17,81 (0,90) BC	35,84 (4,12) A
Rocatec	11,36 (2,69) CD	11,16 (1,06) CD	22,01 (6,4) B
CO	5,42 (2,09) EF	2,51 (0,56) F	14,23 (3,32) C

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhantes ( $p < 0,05$ )

### 5.1.2 ANOVA um fator

Nesta análise foram considerados os mesmos valores porém separando a estatística de cada teste de união, tendo como fator somente o tratamento (CO, ROC e JAT + SZB).

A Tabela 5.2 apresenta os valores para o teste de cisalhamento convencional, pelos parâmetros de média e desvio padrão. A distribuição dos dados foi considerada normal ( $p=0,15$ ) e homocedástica pelo teste de Barlett ( $p=0,436$ ). A ANOVA se demonstrou significativa para o fator tratamento ( $p=0,00$ ). As múltiplas comparações foram realizadas pelo teste de Tukey (Tabela 5.2). Para o teste de cisalhamento o conjunto de tratamento formado pelo Jat+SZB apresentou os maiores valores de união, sendo estatisticamente significantes dos outros dois grupos, que se apresentaram no mesmo grupamento estatístico.

Tabela 5.2 - Médias dos valores de RU (MPa), número de repetições, desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamentos	N	Média	Desvio Padrão	Tukey
JAT+SZB	5	14,58	4,32	A
Rocatec	5	11,36	2,69	B
CO	5	5,42	2,09	B

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhante ( $p \leq 0,05$ )

A Tabela 5.3 mostra os resultados da análise descritiva para o teste de microcisalhamento, pelos parâmetros de média e desvio padrão. Os dados apresentaram distribuição normal ( $p=0,15$ ) e homocedasticidade de acordo com o teste de Barlett ( $p=0,367$ ). A ANOVA apresentou diferença significativa para o fator tratamento ( $p=0,002$ ). Os resultados do Teste Tukey estão presentes na Tabela 5.3. Para o teste de microcisalhamento o conjunto de tratamento formado pelo Jat+SZB e o grupo ROC não se diferenciaram estatisticamente, porém apresentaram valores estatisticamente significantes maiores do que apresentado pelo grupo controle.

Tabela 5.3 - Médias dos valores de RU (MPa), número de repetições, desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamentos	N	Média	Desvio Padrão	Tukey
JAT+SZB	5	35,84	4,12	A
Rocatec	5	22,01	6,40	A
CO	5	14,23	3,32	B

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhantes (p 0,05)

A análise descritiva dos valores obtidos para o teste de cisalhamento da SDI está apresentada na Tabela 5.4. Os dados apresentaram distribuição normal ( $p=0,097$ ) e homocedasticidade de acordo com o teste de Barlett ( $p=0,496$ ). A ANOVA apresentou diferença significativa para o fator tratamento ( $p=0,00$ ). Os resultados do Teste Tukey estão presentes na Tabela 5.4.

Para o teste de cisalhamento com o dispositivo da SDI, todos os tratamentos se diferenciaram estatisticamente, sendo que o Jat+SZB apresentou o maior valor, seguido pelo ROC e o tendo o grupo controle apresentado os menores valores.

Tabela 5.4 - Médias dos valores de RU (MPa), número de repetições, desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamentos	N	Média	Desvio Padrão	Tukey
JAT+SZB	5	17,81	0,90	A
Rocatec	5	11,16	1,06	B
CO	5	2,51	0,56	C

Valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p 0,05)

### 5.1.3 Análise de elementos finitos das tensões geradas na camada de cimento resinoso

As tensões da camada de cimento resinoso para o teste de cisalhamento convencional, como para o teste de cisalhamento com dispositivo da SDI foram analisadas segundo o critério da máxima tensão principal ( $\sigma_{máx}$ ). O cisalhamento convencional apresentou como pico da máxima tensão principal o valor de 601 MPa

e o cisalhamento com dispositivo da SDI 123 MPa, foram ilustrados na Figuras. 5.1 e 5.2.

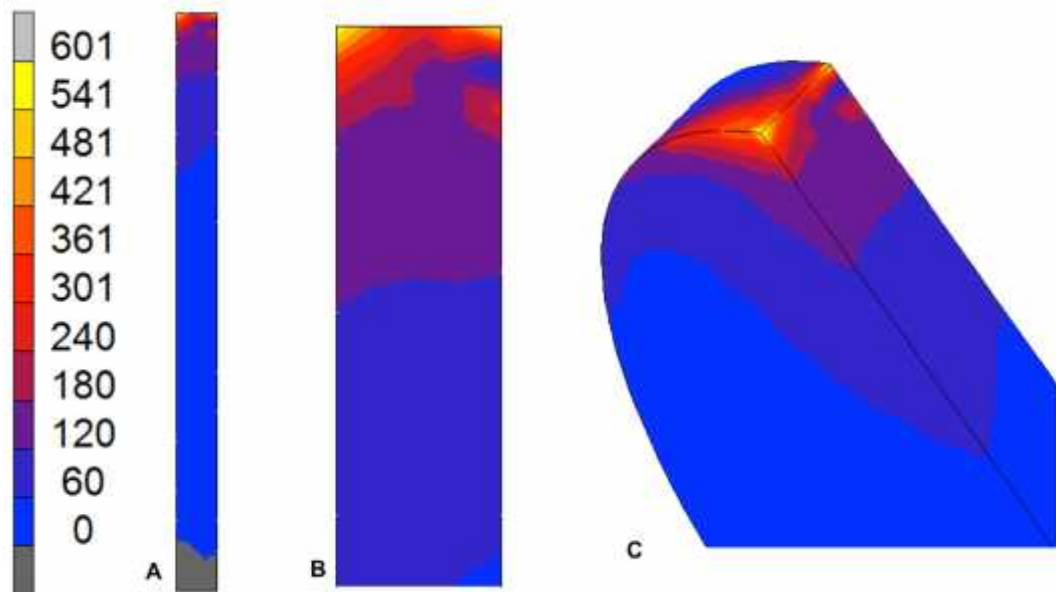


Figura 5.1 – Distribuição das tensões para a camada de cimento resinoso para o teste de cisalhamento convencional: -A;Zoom: -B; 3D:- C.

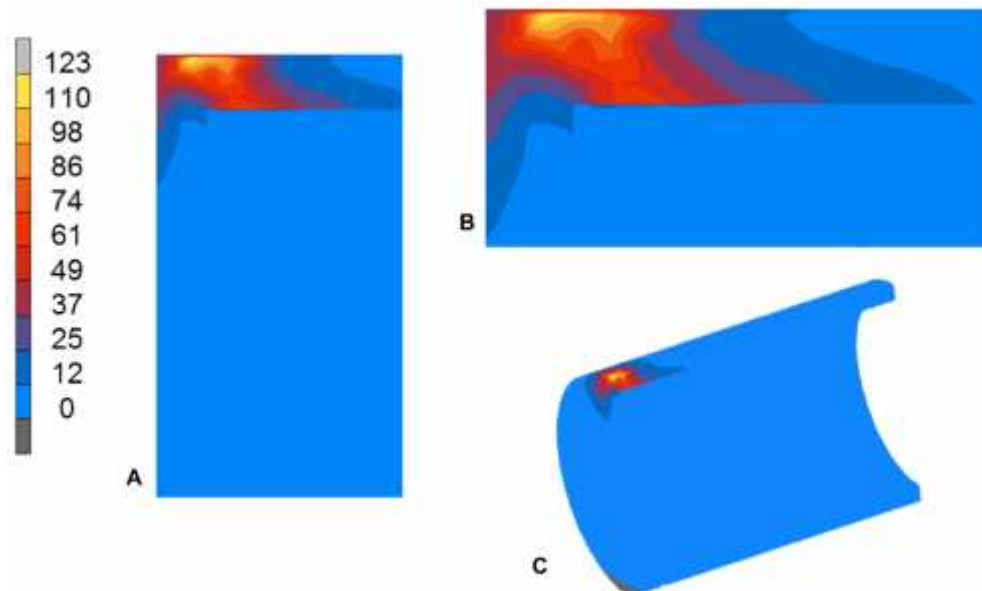


Figura 5.2 – Distribuição das tensões para a camada de cimento resinoso para o teste de cisalhamento SDI: - A;Zoom: - B; 3D: - C.



## 5.2 SEGUNDA ETAPA: AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS METAL PRIMERS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU)

Na segunda etapa avaliou-se dois fatores: metal primers (SZB, ZP, AP e CO) e cimentos resinosos (PF, NX, ST e ML). A Tabela 5.5 a análise descritiva dos valores de RU ao cisalhamento utilizando o dispositivo da SDI, pelos parâmetros de média e desvio padrão.

Embora os dados não apresentarem distribuição normal ( $p=0,005$ ), o teste de Levene verificou a homocedasticidade dos dados ( $p=0,312$ ). Sendo assim, utilizou-se ANOVA que demonstrou diferença estatística para a interação primerXcimento resinoso ( $p=0,00$ ). A Tabela 5.5 apresenta o resultado das múltiplas comparações pelo teste de Tukey.

Todos os cimentos resinosos apresentaram valores de RU semelhantes quando não utilizados em conjunto com algum primer. O SZB apresentou maiores valores de RU para todos os cimentos quando comparados ao grupo controle, sendo estatisticamente diferente desses. O ZP apresentou maiores valores de RU e estatisticamente significantes para os cimentos PF e NX, quando comparado ao grupo controle. Já o AP aumentou os valores de RU estatisticamente para o cimento ST, quando comparado ao seu grupo sem tratamento.

Tabela 5.5 - Médias dos valores de RU (MPa), desvio padrão e grupamento estatístico

	SZB	Z-Prime	Alloy Primer	CO
Panavia F	20,8 (1,38) A	8,7 (1,47) C	6,9 (0,76) CDE	4,7 (0,65) DE
seT	15,8 (2,73) B	6,0 (0,22) CDE	7,7 (0,53) CD	3,9 (1,36) E
NX 3	12,7 (2,61) B	9,2 (1,14) C	6,9 (1,54) CDE	3,8 (1,03) E
Multilink	9,0 (1,91) C	5,2 (0,80) DE	3,7 (0,40) E	4,1 (0,55) E

Valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes ( $p < 0,05$ )

### 5.3 TERCEIRA ETAPA: TRATAMENTO SUPERFICIAL DA ZIRCÔNIA Y-TZP ANTES DA SUA SINTERIZAÇÃO FINAL

O fator avaliado nesta etapa foi o tratamento superficial da zircônia Y-TZP em 4 níveis (ROC na zircônia após a sinterização e laser Nd:YAG, laser Er:YAG, jateamento com óxido de alumínio na zircônia antes da sua sinterização final). As variáveis de resposta foram a RU ao cisalhamento da SDI (MPa), rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ), resistência à flexão (MPa).

#### 5.3.1 Resistência de união (RU)

A tabela 5.6 mostra os valores de RU ao cisalhamento utilizando o dispositivo da SDI, pelos parâmetros de média e desvio padrão. A distribuição dos dados foi considerada uma distribuição normal  $p < 0,05$  ( $p=0,15$ ). Para se verificar a igualdade das variâncias se utilizou o teste de Bartlett, os dados passaram pelo critério de homocedasticidade,  $p < 0,05$  ( $p=0,396$ ). A análise de variância (ANOVA) se demonstrou significativa ( $p < 0,05$ ) para o fator tratamento ( $p=0,001$ ). As múltiplas comparações foram realizadas pelo teste de Tukey (Tabela 5.6).

O JAT e Er:YAG aplicados antes da sinterização final da Y-TZP, resultaram em valores de RU similares estatisticamente ao ROC aplicado após a sinterização final. O tratamento com o laser Nd:YAG resultou em um aumento dos valores de RU quando comparado ao grupo controle com ROC e JAT.

Tabela 5.6 - Médias dos valores de RU (MPa), número de repetições, desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamentos	N	Média	Desvio Padrão	Tukey
Nd:YAG (antes da sinterização)	5	10,5	0,92	A
Er:YAG (antes da sinterização)	5	9	1,27	AB
Jateamento (antes da sinterização)	5	7,9	0,48	B
Rocatec (após a sinterização)	5	7,7	0,94	B

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhantes ( $p < 0,05$ )

### 5.3.2 Rugosidade superficial

A Tabela 5.7 apresenta os dados da análise descritiva para rugosidade superficial. Embora os dados não apresentem distribuição normal ( $p=0,01$ ), o teste de Levene verificou a homocedasticidade dos dados ( $p=0,330$ ). Sendo assim, utilizou-se ANOVA que se demonstrou significativa para o fator tratamento ( $p=0,00$ ). A Tabela 5.7 apresenta o resultado das múltiplas comparações pelo teste de Tukey.

O tratamento com o laser de Nd:YAG resultou nos maiores valores de rugosidade superficial com diferença estatística significativa dos demais tratamentos. O laser Er:YAG que também se diferenciou dos demais tratamentos, só não apresentando maior rugosidade superficial que o Nd:YAG. Já para o JAT os valores de rugosidade superficial foram maiores estatisticamente que o ROC.

Tabela 5.7 - Médias dos valores da rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ), número de repetições, desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamentos	N	Média	Desvio Padrão	Tukey
Nd:YAG (antes da sinterização)	5	9,6	0,55	A
Er:YAG (antes da sinterização)	5	3,6	0,58	B
Jateamento (antes da sinterização)	5	2,8	0,08	C
Rocatec (após a sinterização)	5	1,4	0,22	D

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhantes ( $p \leq 0,05$ )

### 5.3.3 Resistência à flexão

A tabela 5.8 mostra os valores de resistência à flexão, pelos parâmetros de média e desvio padrão. A distribuição dos dados não foi considerada uma distribuição normal  $p \leq 0,05$  ( $p=0,01$ ). Para se verificar a igualdade das variâncias se utilizou o teste de Levene, os dados também não passaram pelo critério de homocedasticidade,  $p \leq 0,05$  ( $p=0,00$ ). Foi utilizado o teste não paramétrico Kruskal-Wallis, o fator tratamento se demonstrou significativo ( $p \leq 0,05$ ) com  $p=0,00$ ,

complementado pelo teste da mediana de Mood (TMM) (Tabela 5.8). O tratamento com o ROC resultou nos maiores valores de resistência à flexão com diferença estatística significativa dos demais tratamentos.

Tabela 5.8 - Médias dos valores resistência à flexão (MPa), número de repetições, desvio padrão e agrupamento estatístico

Tratamentos	N	Média	Desvio Padrão	TMM
Rocatec (após a sinterização)	10	990,95	192,28	A
Jateamento (antes da sinterização)	10	520,41	45,04	B
Nd:YAG (antes da sinterização)	10	438,82	50,9	B
Er:YAG (antes da sinterização)	10	426,82	60,4	B

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhantes ( $p < 0,05$ )

### 5.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens representativas dos efeitos dos tratamentos de superfície realizados durante a 3ª etapa realizadas no MEV, pode-se observar característica distintas para cada tratamento. As figuras 5.1 a 5.7 são as imagens obtidas de acordo com os tratamentos propostos.

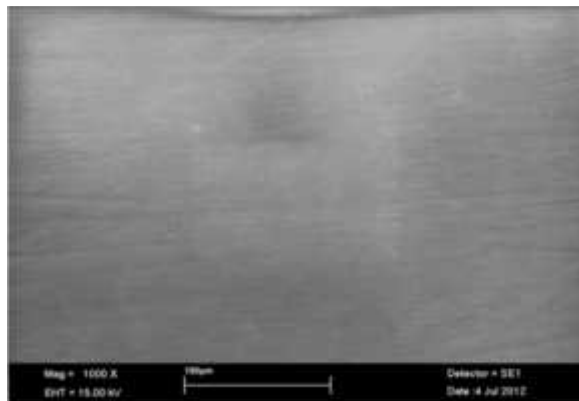


Figura 5.3 – MEV da Y-TZP sem tratamento, 1000x

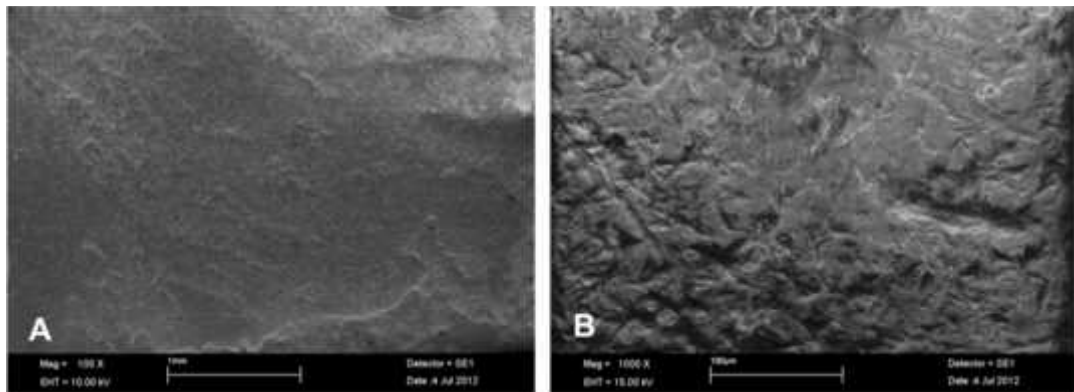


Figura 5.4 – MEV do Tratamento ROC. **A** – 100x; **B** – 1000x

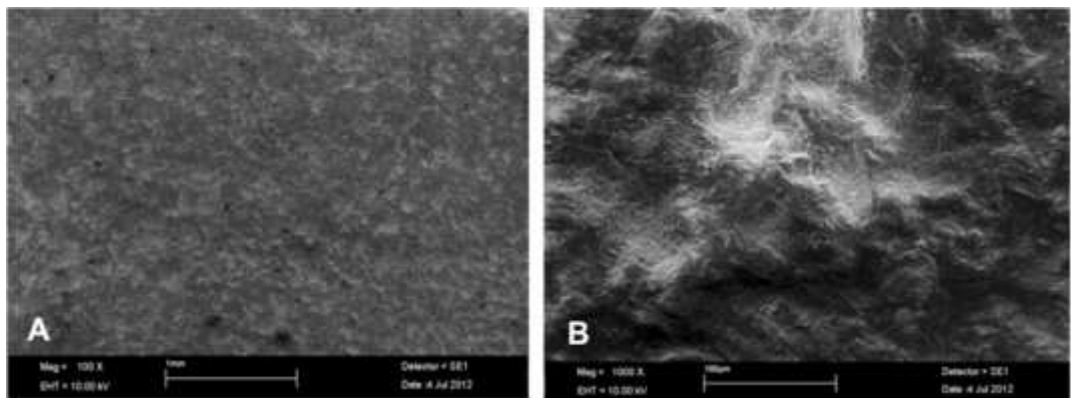


Figura 5.5 – MEV do Tratamento JAT após a sinterização. **A** – 100x; **B** – 1000x

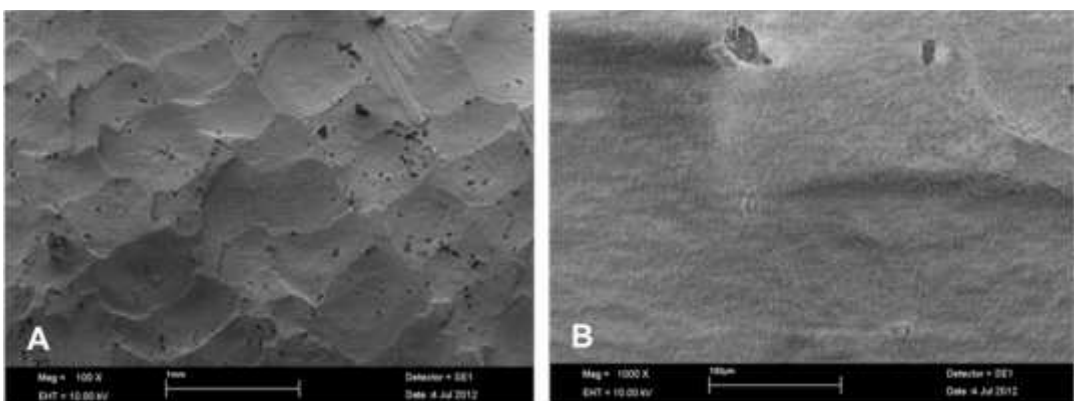


Figura 5.6 – MEV do Tratamento Er:YAG antes da sinterização. **A** – 100x; **B** – 1000x

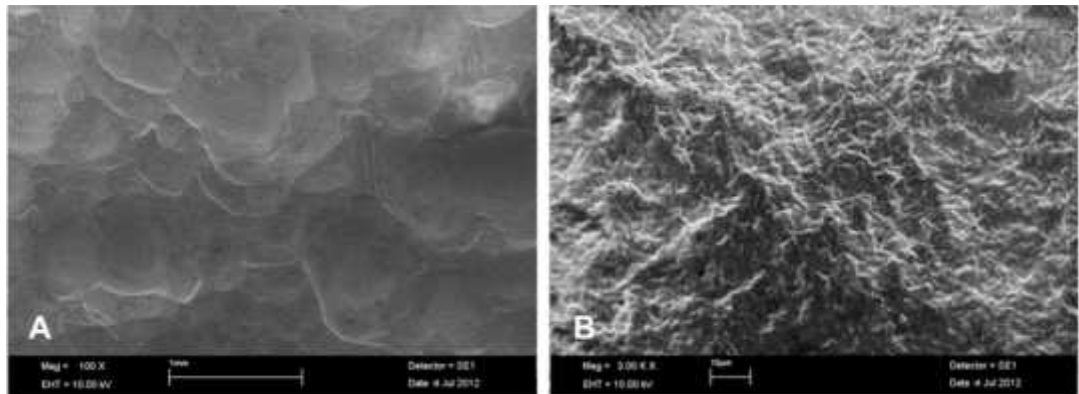


Figura 5.7 – MEV do Tratamento Er:YAG após a sinterização. **A** - 100x; **B** - 1000x

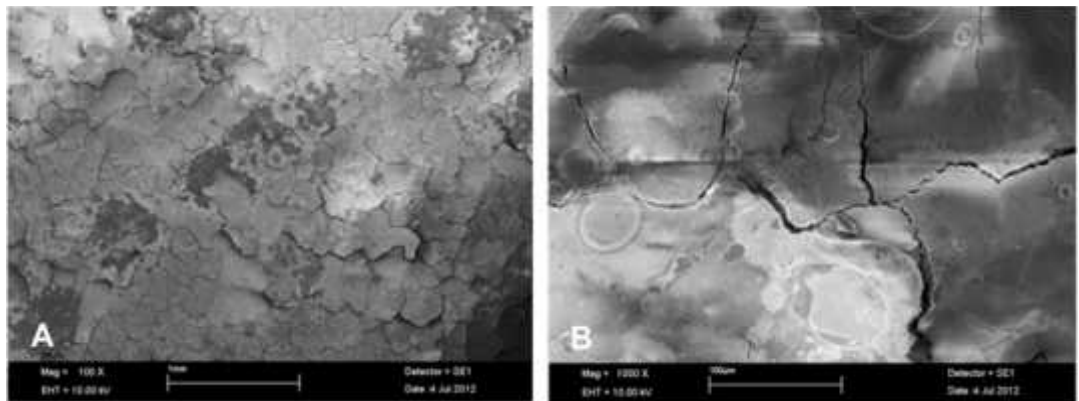


Figura 5.8 – MEV do Tratamento Nd:YAG antes da sinterização. **A** – 100x; **B** - 1000x

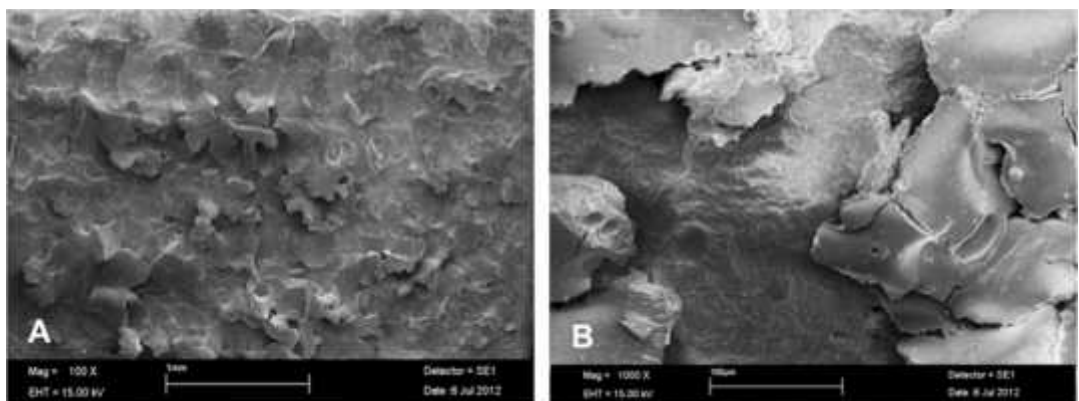


Figura 5.9 – MEV do Tratamento Nd:YAG após a sinterização. **A** – 100x; **B** – 1000x

#### 5.4 QUARTA ETAPA: AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO APÓS O ENVELHECIMENTO TÉRMICO

Nesta quarta etapa os níveis do fator tratamento foram selecionados com base nos resultados apresentados na 2ª e 3ª etapas, SZB e Nd:YAG antes da sinterização respectivamente. Já o outro fator em estudo é a termociclagem ou envelhecimento térmico (presente ou ausente).

A tabela 5.9 mostra os valores de RU ao cisalhamento utilizando o dispositivo da SDI, pelos parâmetros de média e desvio padrão. A distribuição dos dados foi considerada uma distribuição normal p 0,05 ( $p=0,150$ ). Para se verificar a igualdade das variâncias se utilizou o teste de Bartlett, os dados passaram pelo critério de homocedasticidade, p 0,05 ( $p=0,155$ ). A análise de variância (ANOVA) se demonstrou significativa (p 0,05) para a interação dupla, Tratamento de superfície\*Termociclagem de superfície ( $p=0,004$ ). As múltiplas comparações foram realizadas pelo teste de Tukey (Tabelas 5.9).

A aplicação do laser de Nd:YAG resultou nos maiores valores de RU, realizando o teste 24 horas após a cimentação, se diferenciando estatisticamente dos demais grupos. Após o envelhecimento térmico, o mesmo tratamento apresentou valores semelhantes estatisticamente ao SZB sem envelhecimento. SZB com envelhecimento apresentou os menores valores de RU se diferenciando estatisticamente dos demais.

Tabela 5.9 - Médias dos valores de RU (MPa), desvio padrão e grupamento estatístico

Tratamento	24 horas	6000x Ciclos
Nd:YAG (antes da sinterização)	12,74 (1,52) A	9,25 (2,84) B
SZB	9,38(1,87) B	2,03 (1,46) C

Valores seguidos da mesma letra na linha são estatisticamente semelhante ( $p < 0,05$ ).

## 5.5 DISTRIBUIÇÃO DOS MODOS DE FRATURA

Para a 1ª etapa, a distribuição dos tipos de fratura em porcentagens esta representada na tabela 5.10. Na 2ª e 3ª etapas ,todas as falhas foram consideradas adesivas. E para 4ª etapa a distribuição das falhas esta representada na tabela 5.11. A Figura 5.10 apresenta os diferentes tipos de fratura observados.

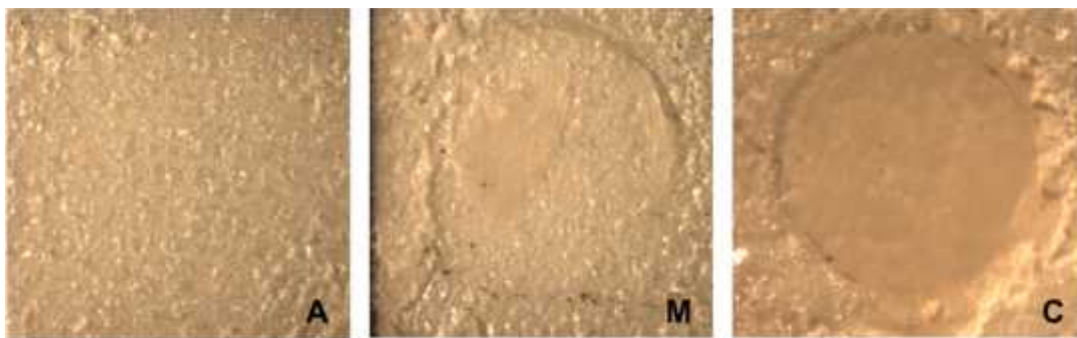


Figura 5.10 – Representação dos tipos de fratura: **A** – adesiva; **M** – mista; **C** – coesiva

Tabela 5.10 - Porcentagens da distribuição dos modos de fratura após o teste de RU, na 1ª Etapa

Tipos de Falha	MicroSBS			SDI			SBS		
	CO	ROC	JAT+SZB	CO	ROC	JAT+SZB	CO	ROC	JAT+SZB
Adesiva	73%	66,66%	60%	100%	100%	100%	100%	40%	40%
Mista	20%	26,67%	40%	0	0	0	0	60%	60%
Coesiva	7%	6,67%	0	0	0	0	0	0	0

Tabela 5.11- Porcentagens da distribuição dos modos de fratura após o teste de RU, na 4ª Etapa

Tipos de Falhas	Nd:YAG		SZB	
	24 Horas	Termociclagem	24 Horas	Termociclagem
Adesiva	90%	70%	100%	90%
Mista	10%	20%	0	10%
Coesiva	0	10%	0	0



## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 PRIMEIRA ETAPA: TESTES DE UNIÃO

Várias metodologias de ensaios mecânicos têm sido sugeridas para avaliação da RU entre resina e materiais cerâmicos, como cisalhamento, tração, microcisalhamento e microtração. Cada método tem suas vantagens e desvantagens. O cisalhamento tem como vantagens a facilidade de preparação das amostras, como do protocolo de realização do teste e a rápida produção de resultados (19). Entretanto o teste de cisalhamento é muito criticado por apresentar uma distribuição de forças não homogêneas junto à interface adesiva, podendo levar a uma superestimação ou uma subestimação dos resultados, uma vez que a maioria das falhas se iniciam em um substrato e não interface adesiva (79-81).

Neste sentido outros testes tem sido propostos sendo um deles o teste de microtração permitem um melhor alinhamento dos espécimes e uma distribuição mais homogênea das tensões, além de uma comparação mais sensível ou determinação da RU (82). No entanto, Valandro et al. (25) relataram que o procedimento de corte de cerâmicas com alto conteúdo cristalino é muito mais complicado e demorado do que o corte de uma cerâmica vítrea aderida aos materiais resinosos. As tensões geradas durante o corte podem afetar a interface adesiva e, conseqüentemente, reduzir a resistência à microtração.

O teste de cisalhamento realizado em áreas de adesão de 1 mm<sup>2</sup> ou menos são denominadas microcisalhamento. Além de apresentar vantagens semelhantes as do cisalhamento, pelas dimensões reduzidas é possível se confeccionar mais espécimes em um mesmo corpo de prova. A grande vantagem deste sobre os teste de microtração é gerar um menor estresse pré-teste uma vez que não há a necessidade dos consecutivos cortes para a confecção dos corpos de prova (83). Porém Placido et al. (84) concluíram, após um estudo em análise de elemento finitos, que o microcisalhamento resultaria em um maior estresse quando comparado ao cisalhamento convencional.

Assim na tentativa de encontrar um teste que apresente menores desvantagens e obtenha resultados mais fidedignos de RU para a interface Y-TZP/cimento resinoso, o presente estudo utilizou um novo dispositivo de padronização de cisalhamento. O diferencial desse dispositivo é a presença de um anel metálico rígido ao redor da área adesiva, ficando aderido junto ao corpo de prova durante o teste, que já foi demonstrado ser o possível viés nos resultados apresentados por outros testes.

O atual experimento não teve como objetivo determinar qual seria o melhor teste para se avaliar a RU, mesmo porque todos têm vantagens e desvantagens, mas sim validar a utilização do novo dispositivo de padronização de cisalhamento como método de avaliação da RU. Para isso, ranqueamos diferentes tratamentos de superfícies que serão discutidos no decorrer do trabalho, e não nessa fase na qual eles foram testados apenas como ferramenta para comparação dos três testes.

Nesta etapa também se realizou dois tipos de análise estatística, fato incomum, pois julgamos necessário a fim de não se perder dados importantes para discussão de cada teste. Se realizou uma ANOVA de dois fatores, aonde observou-se que apenas o teste de microcisalhamento diferenciou os três tratamentos, os outros dois testes de cisalhamento igualaram os dois tratamentos, diferenciando apenas do controle. Posteriormente realizou-se ANOVA um fator para cada teste e pôde ser analisada a influência de cada tratamento para cada teste. Para essa análise o teste de microcisalhamento igualou os dois tratamentos, diferenciando apenas o controle, o teste de cisalhamento convencional diferenciou apenas JAT+SZB dos demais grupos, já o teste de cisalhamento da SDI diferenciou os três grupos.

Segundo a primeira análise estatística, o teste de cisalhamento da SDI não conseguiu diferenciar estaticamente o JAT+SZB e ROC, isto provavelmente ocorreu porque os resultados obtidos com dispositivo teve seu efeito diluído pelos valores dos outros testes, porém quando se a realizou o teste ANOVA um fator, todos os grupos se diferenciaram. Com base nos resultados o dispositivo de padronização parece ser um teste confiável, pois além não variar muito dos outros testes, apresentou somente falhas adesivas, o que não daria margens para subestimação

ou superestimação dos resultados obtidos, além de avaliar especificamente a interface adesiva.

O coeficiente de variação encontrado para o teste de cisalhamento convencional foi de 30,62% e 21,3% para o microcisalhamento, esses valores estão de acordo com a média dos trabalhos analisados por Scherrer et al. (85). Os coeficientes parecem estar relacionados com a distribuição dos padrões de fratura, pois o dispositivo da SDI apresentou o menor coeficiente de variação de 12,28% e só apresentou falhas adesivas. O que nos mostra uma maior confiabilidade do dispositivo, pois além dos resultados serem mais fidedignos, o mesmo apresentou menor variação. O teste de cisalhamento convencional apresentou os maiores coeficiente de variação e foi o menor na quantidade de falha adesivas.

Comparando as tensões geradas pelos testes de cisalhamento convencional e cisalhamento da SDI segundo a análise de elementos finitos da camada de cimento resinoso, pode-se verificar que o teste de cisalhamento convencional gerou picos de tensões de tração máxima 601 MPa contra 123 MPa do dispositivo de padronização de cisalhamento da SDI. Esse maior valor de tensão gerado pelo teste de cisalhamento convencional pode justificar o maior coeficiente de variação e a presença de fraturas mistas encontradas para este teste.

Embora não exista um teste de resistência de união que complete todos os requisitos desejados, Valandro et al. (25) afirma que o teste de cisalhamento poderia ser o mais apropriado para avaliar a interface resina e cerâmica de alto conteúdo cristalino. O dispositivo de padronização testado mostrou uma alternativa viável aos testes de cisalhamento convencional ou microcisalhamento, com a vantagem de apresentar um baixo coeficiente de variação e um alto índice de fraturas adesivas. Os testes de RU são instrumentos para se avaliar materiais e/ou tratamentos, o melhor método seria aquele que auxilia as responder as hipóteses levantadas, atendendo aos objetivos propostos. A metodologia adequada conduziria uma correta avaliação e interpretação dos resultados.

## 6.2 SEGUNDA ETAPA: AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS PRIMERS METÁLICOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO

A presente etapa avaliou o efeito de diferentes primers metálicos na superfície da zircônia sem qualquer tratamento mecânico. Os cimentos resinosos foram escolhidos para se ter representado cada categoria de cimento, um cimento de ativação química (ML), um cimento de dupla ativação (NX), um cimento auto-adesivo (ST) e um considerado por muitos o padrão ouro (PF), que também é de dupla ativação.

A hipótese inicial de que os grupos tratados com os primers apresentariam maiores valores de RU quando comparados aos grupos sem tratamentos foi parcialmente aceita, pois o ZP não foi efetivo quando comparado aos grupos sem tratamentos para ST e ML e o AP para PF, ML e NX.

Alguns autores correlacionam elevados valores de RU do PF à zircônia, por este cimento ter em sua composição o MDP (65, 86, 87). Esse monômero também está presente nos três metal primers utilizados nesta etapa. O monômero MDP têm se mostrado efetivo em criar uma forte ligação entre o cimento resinoso e a zircônia, assim como em outras ligas e metais puros (64). Esta união se deve pelo monômero éster fosfato se ligar diretamente aos óxidos metálicos como a zircônia (65, 66).

O SZB foi o único primer efetivo para todos os cimentos utilizados, diferente dos outros dois que são frasco único, este primer é composto por dois frascos, aplica-se primeiramente o frasco com o primer propriamente dito composto por acetona, MDP e ácido acético. A acetona parece aumentar a molhabilidade da superfície da zircônia (19). O segundo frasco que seria o bond (se fizer alusão a um sistema adesivo convencional de dois passos) composto por metacrilato de metila e difenil óxido fosfeno, após a sua aplicação o conjunto necessita de fotoativação. Neste sentido, teremos uma superfície de zircônia semelhante a da dentina após aplicação de um sistema adesivo. Os resultados do presente estudo corroboram os achados de Ural et al. (19) que encontrou maiores valores de RU utilizando esse primer. Segundo o mesmo autor, além do efeito de MDP, o metacrilato de metila no

*bond* reagiria com metacrilato presente no cimento resinoso, o que poderia justificar o aumento na RU.

Neste estudo ainda avaliamos o ZP, o qual apresentou resultados positivos estatisticamente para PF e NX, entretanto para o ST e ML não se diferenciaram para seus grupos sem tratamentos respectivamente. Esse primer é composto por monômeros de ácido carboxílico e organofosfato (MDP). Tal como o silano, os monômeros organofosfato apresentam uma parte organofuncional, na maioria das vezes um grupo metacrilato que podem ser co-polimerizados com os monômeros de um sistema de resina composta. Já os monômeros fosfatos possuiriam grupos de ácido fosfórico que poderiam desenvolver a ligação com os óxidos de metal da superfície da zircônia e os monômeros de ácido carboxílico auxiliariam no desenvolvimento da ligação (20). Os resultados positivos para PF e NX corroboram com os achados de outros trabalhos, e sugerem que esse aumento na RU é advindo principalmente pelo MDP (18, 88). Porém a presença de monômeros ácidos pode enfraquecer a ligação entre ZP e os grupos metacrilatos dos cimentos resinosos auto-adesivos (18), o que poderia justificar a sua não efetividade com o cimento ST.

O AP é composto pelos monômeros MDP e VBATDT. No presente trabalho, este aumentou os valores de RU para o ST, são achados idênticos aos encontrados por Lorenzoni et al (18) e Dias de Souza et al (68). Entretanto, Yun et al (38) relata que primers contendo VBATDT não foram eficazes na ligação com a zircônia utilizando o Panavia F, concordando com os nossos resultados quando utilizado o mesmo cimento.

Embora os três primers apresentem a molécula de MDP em suas composições, as diferenças encontradas demonstram que os outros monômeros podem afetar a RU. Além disso, as variações na composição química, capacidade de molhamento, viscosidade e as propriedades mecânicas de cada cimento resinoso são responsáveis pelas variações na capacidade de adesão junto à zircônia (8, 19, 87).

A fácil aplicação dos primers metálicos, o não requerimento de equipamentos elaborados ou de alto custo (66) e os resultados positivos como desse trabalho, só fazem aumentar a indicação para o uso desses. Somando a isso este tratamento

não induziria a transformação de etapa da zircônia de tetragonal para monoclínica, o que ocorre quando se utiliza os tratamentos mecânicos.

### 6.3 TERCEIRA ETAPA: TRATAMENTO SUPERFICIAL DA ZIRCÔNIA Y-TZP ANTES DA SUA SINTERIZAÇÃO FINAL

A presente etapa visou avaliar a influência de três tratamentos de superfície junto a Y-TZP antes da sua sinterização final através dos testes RU entre a zircônia e o cimento resinoso, rugosidade superficial e MEV. O intuito de se realizar os tratamentos antes da sinterização final da zircônia foi tentar eliminar ou diminuir os efeitos prejudiciais dos tratamentos mecânicos, como a formação de microtrincas e a indução da transformação de fase  $t \rightarrow m$  na zircônia.

Com base nos resultados de RU, a hipótese inicial de que todos os tratamentos realizados antes da sinterização final da zircônia apresentariam maiores valores que o grupo ROC foi parcialmente aceita, pois apenas o Nd:YAG apresentou maiores valores de RU, mas o Er:YAG e o JAT apresentaram valores semelhantes ao ROC. Já para os valores de rugosidade superficial, a hipótese inicial foi aceita, uma vez que todos os tratamentos realizados previamente à sinterização final apresentaram valores de rugosidade maiores que o grupo ROC.

A retenção micromecânica é ponto chave para os tratamentos na zircônia antes de sua sinterização final, pois a molhabilidade é aumentada pela presença de uma superfície rugosa (89). Nesse ponto, os valores rugosidade superficial, RU e as imagens de MEV se entrelaçam, uma vez que o Nd:YAG apresentou os maiores valores de RU e rugosidade, além de ser o único tratamento a modificar a superfície quando analisado em MEV (Fig. 5.7A). Segundo SILVA (23) que ao utilizar o mesmo laser verificou em MEV a presença de alterações morfológicas significantes, sugerindo ser um tratamento eficiente e não tão agressivo. Comparando as nossas imagens do Nd:YAG antes da sua sinterização final (Figura 5.8B) e após a sua sinterização (Figura 5.9B) com 1000x é possível observar que antes da sinterização havia trincas e após a sinterização provavelmente as trincas aumentaram se transformando em crateras, pensando pelo lado da RU essa superfície poderia

propiciar uma melhor penetração e adaptação do cimento resinoso comparado aos demais grupos.

Os resultados positivos do Nd:YAG para RU junto a zircônia concordam com os achados de Paranhos et al. (58), no entanto nesse estudo realizou o tratamento após a sinterização final. O único trabalho que avaliou a RU à zircônia antes da sua sinterização final foi Silva (23), porém seus resultados diferem-se dos nossos, uma vez que os valores RU para Nd:YAG foram menores do que o ROC. Entretanto, alguns fatores dificultam a comparação entre os estudos, o teste RU utilizado foi o microcislamento e a taxa de repetição utilizada no tratamento com laser foi de 20 Hz enquanto que no nosso foi de 10 Hz.

O laser Er:YAG apresentou valores intermediários de rugosidade superficial e RU, corroborando que retenção micromecânica foi preponderante para os valores de RU encontrados. Subasi e Inan (90) e Demir et al. (91) avaliaram a topografia da zircônia sinterizada após o tratamento com o mesmo laser, porém, mesmo utilizando parâmetros bem maiores 400mJ/ 10Hz, não encontram diferenças na rugosidade para o grupo controle. Cavalcanti et al. (15) também avaliou a rugosidade na zircônia sinterizada com Er:YAG, só encontrou diferenças com parâmetros acima de 400mJ, o que segundo os autores seria excessivo por levar ao derretimento da superfície, com perda excessiva de massa, fendas profundas, além de uma significativa alteração na cor, possivelmente causada pelo excesso de calor apesar da constante refrigeração com água durante a irradiação, alterações não observadas neste estudo. Ao se observar a imagens do MEV desse tratamento observamos em menor aumento um aspecto de escamas (Figura 5.6A e Figura 5.7A), enquanto em maior aumento (Figura 5.7B) nota-se uma superfície com irregularidades homogêneas.

O JAT é citado como opção de tratamento superficial na maioria dos trabalhos de zircônia, provavelmente pela sua conveniência e facilidade de uso. Assim, por esse motivo ele foi escolhido como opção de tratamento na zircônia antes da sua sinterização final. A utilização do JAT na zircônia antes da sua sinterização final originou valores de rugosidade superficial intermediários, sendo superior ao ROC. Já Cavalcanti et al. (15) e Paranhos et al. (58) não encontraram diferenças nos valores de rugosidade após a aplicação do JAT, tratando a superfície da zircônia após a sinterização final. Analisando as imagens obtidas pelo MEV após

JAT (Figura 5.5), observou-se uma superfície rugosa com irregularidades uniformes, diferenciando-se da superfície sem tratamento (Figura 5.3). Em relação aos valores de RU o tratamento só não foi tão efetivo quanto o Nd:YAG. Entretanto somente Monaco et al. (21) e Moon et al. (22) avaliaram a aplicação do JAT antes da sinterização final e ambos relatam maiores valores de RU quando comparados ao grupo sem tratamento, porém não diferiram da aplicação do JAT na zircônia sinterizada além de ambos estudos não compararam com o ROC.

O ROC foi considerado o controle positivo por ser denominado por muitos autores como o padrão ouro (40, 47-49), pelos altos valores de RU apresentados, esses autores sugerem que esse aumento ocorreria devido ao depósito de uma camada de sílica na superfície da Y-TZP, a qual teria grupamento hidroxila livre suficiente para o silano poder servir como elemento de ligação entre a zircônia e o cimento resinoso, onde também se criaria retenções micromecânicas (40). No presente estudo o ROC apresentou valores de RU intermediários, sendo superado pelo Nd:YAG. A rugosidade superficial encontrada para o ROC foi a mais baixa do que a encontrada pelos grupos estudados, isso nos leva a acreditar que há interação química entre a sílica e o silano o qual foi fator preponderante para seus valores de RU. Esses achados estão de acordo com Paranhos et al (58) que encontrou baixos valores de rugosidade e valores intermediários de RU. Silva (23) também encontrou os menores valores de rugosidade, entretanto maiores valores de RU foram observados quando utilizaram ROC.

Apesar de elevar os valores RU junto a zircônia, o JAT e o ROC gerariam tensões superficiais, o que induziriam a transformação de fase de  $t \rightarrow m$  (41, 92, 93), porém para os tratamentos realizados antes da sinterização final da zircônia ocorreria a transformação reversa ( $m \rightarrow t$ ) durante o processo de sinterização (22, 94). Essa transformação de fase induzida pelo ROC seria a explicação para o aumento da resistência à flexão, uma vez que essa geraria um aumento volumétrico dos grãos levando a formação de tensões de compressão na superfície (41, 42), esse aumento também foi observado por Xible et al. (95) e Lassila et al. (96) após a aplicação do ROC. O aumento da resistência à flexão gerado pelo ROC não seria benéfico para a zircônia, pois o aumento volumétrico os cristais de zircônia levaria ao deslocando desses cristais, criando espaços no material, sendo possível a entrada de fluídos na cavidade oral. A longo prazo isto desencadearia uma reação



em cadeia, com indução dos cristais mais internos a transformação  $t \rightarrow m$ , diminuindo a resistência do material (23, 44). Somado a tensões de compressão na superfície, outro fator que poderia ter levado a essas diferenças dos valores de resistência à flexão seria a perda de volume de massa causada pelos tratamentos antes da sinterização final.

O PF foi o cimento escolhido pelos seus satisfatórios valores de RU obtidos na etapa anterior, possivelmente por uma interação química entre a zircônia e o agente cimentante, devido sua composição o MDP que teria grande afinidade aos óxidos metálicos da zircônia(65).

Os tratamentos de superfície utilizados na zircônia pré-sinterizada aparentam ser promissores, pois além de apresentar valores de RU favoráveis, parecem ter conseguido reverter a transformação  $t \rightarrow m$ . Porém futuros estudos são necessários para verificar a alteração desses tratamentos na degradação dessa interface zircônia-cimento (envelhecimento térmico e mecânico), para então serem levados aos ensaios clínicos controlados.

#### 6.4 QUARTA ETAPA: AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO APÓS O ENVELHECIMENTO TÉRMICO

Diariamente as próteses dentárias são submetidas a repetitivos estresses térmicos e mecânicos durante os esforços mastigatórios. Portanto, uma limitação desse trabalho foi que os espécimes foram submetidos somente ao envelhecimento térmico, sem o envelhecimento mecânico. Além disso, o pouco tempo de armazenamento em água não pode fornecer informações satisfatórias sobre a estabilidade em longo prazo da ligação com a cerâmica. É provável que os efeitos hidrolíticos possam afetar negativamente a RU após um maior tempo de armazenagem em água (52).

Não há um consenso do número de ciclos térmicos utilizados para envelhecer a interface de união, os estudos variam de 100 ciclos (97) à 50.000 ciclos (98). Gale e Darvell (99) estimam que 10.000 ciclos térmicos representem um ano de função, baseando-se que ocorreriam de 20 à 50 ciclos por dia. Os 6.000 ciclos utilizados

nesse estudo poderiam simular mais de seis meses, porém a presença do cilindro metálico do dispositivo de padronização, que tem o coeficiente de expansão térmica diferente do cimento resinoso, poderia estressar ainda mais a interface adesiva. Essa ciclagem gerou efeitos negativos nos valores de RU encontrados para ambos os tratamentos.

Um provável motivo para o decréscimo dos valores de RU encontrados na presente etapa pode ser creditado ao cimento utilizado. O Panavia tem uma viscosidade elevada, que resultaria em uma espessura de filme duas vezes maior a de outros cimentos (100). Estudos anteriores indicam que o Panavia apresenta alta RU inicial, porém uma redução significativa foi observada após a degradação hidrolítica (68, 101).

A ligação química entre o MDP e os óxidos metálicos presente na superfície da zircônia parece ser sensível ao ataque hidrolítico (38, 47, 67, 68, 101), corroborando com os baixos valores para o grupo SZB após o envelhecimento térmico, e para o Panavia que também tem esse monômero em sua composição.

Apesar do decréscimo dos valores de RU após a termociclagem para Nd:YAG, de 12,74 para 9,25 MPa, a retenção micromecânica ainda se mostrou efetiva, pois manteve valores próximos de 10 MPa, que seria o valor médio para o sucesso clínico segundo Behr et al. (102). Fato interessante a ser considerado foi a presença da única falha coesiva no cimento resinoso desse estudo ter ocorrido para esse tratamento, pois apesar do estresse gerado na interface adesiva pela termociclagem, a retenção mecânica pode ter sido maior que a coesiva neste caso.

## 7 CONCLUSÕES

1. O teste de cisalhamento com dispositivo de padronização da SDI pode ser uma alternativa de teste mecânico viável para avaliação da RU, e nosso estudo apresentou um baixo coeficiente de variação e um alto índice de fraturas adesivas. Entretanto a hipótese experimental 1 não foi confirmada, pois os três testes apresentaram ranqueamento diferentes.

2. Embora os três primers apresentem a molécula de MDP em suas composições, as diferenças encontradas demonstram que os outros monômeros podem afetar a RU. Portanto, a hipótese experimental 2 foi parcialmente confirmada.

3. Os tratamentos antes da sinterização final da zircônia apresentaram valores de rugosidade superficial maiores quando comparados ao ROC, para o teste de RU apenas o Nd:YAG foi superior ao ROC, mas para o teste de resistência à flexão nenhum dos tratamentos foi superior a ROC. Assim, a hipótese experimental 3 foi parcialmente confirmada.

4. Os valores de RU tanto para os tratamentos Nd:YAG e o SZB foram diminuídos após a termociclagem. Portanto, a hipótese 4 experimental foi aceita.

5. O tratamento com Nd:YAG antes da sinterização final se mostrou efetivo, podendo ser uma opção de tratamento num futuro próximo após a complementação de mais alguns estudo.

6. Dentro das limitações desse estudo o tratamento da zircônia antes da sua sinterização final pelo Nd:YAG parece ser uma ótima opção para se aumentar a RU entre a zircônia e o cimento. Porém mais estudos se fazem necessários, como a realização desse tratamento em prótese parciais fixas associado ao envelhecimento térmico e mecânico.

## REFERÊNCIAS<sup>1</sup>

1. Raut A, Rao PL, Ravindranath T. Zirconium for esthetic rehabilitation: an overview. *Indian J Dent Res.* 2011 Jan-Feb;22(1):140-3.
2. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2000 Apr;83(4):396-401.
3. Silva NRFA, Sailer I, Zhang Y, Coelho PG, Guess PC, Zembic A, et al. Performance of Zirconia for Dental Healthcare. *Materials.* 2010 Feb;3(2):863-96.
4. Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Net-shaping of ceramic components by direct ceramic machining. *Assembly Automation.* 2003;23(4):382-90.
5. Miyazaki T, Hotta Y. CAD/CAM systems available for the fabrication of crown and bridge restorations. *Aust Dent J.* 2011 Jun;56 Suppl 1:97-106.
6. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999 Jan-Feb;12(1):59-64.
7. Luthardt RG, Holzhueter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2002 Jul;81(7):487-91.
8. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater.* 2005 Dec;21(12):1158-62.
9. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent.* 2009 May-Jun;34(3):344-51.
10. Soderholm KJ, Reetz EA. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. *Gen Dent.* 1996 Jul-Aug;44(4):296-8, 300, 2.

---

<sup>1</sup>De acordo com Estilo Vancouver.

11. Burke FJ, Fleming GJ, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Adhes Dent*. 2002 Spring;4(1):7-22.
12. 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.
13. Cristoforides P, Amaral R, May L, Bottino M, Valandro L. Composite resin to yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: comparison of repair methods. *Oper Dent*. 2012 May-Jun;37(3):263-71.
14. Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, et al. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dent Mater*. 2011 Aug;27(8):779-85.
15. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxtan RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, et al. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg*. 2009 Jun;27(3):473-9.
16. Akyil MS, Uzun IH, Bayindir F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomed Laser Surg*. 2010 Dec;28(6):801-8.
17. 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 Jan 11.
18. Lorenzoni F, Leme V, Aguiar L, de Oliveira P, Martins L, Bonfante G. Evaluation of Chemical Treatment on Zirconia Surface with Two Primer Agents and an Alkaline Solution on Bond Strength. *Oper Dent*. 2012 Mar 21.
19. Ural C, Kulunk T, Kulunk S, Kurt M, Baba S. Determination of resin bond strength to zirconia ceramic surface using different primers. *Acta Odontol Scand*. 2011 Jan;69(1):48-53.
20. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH, Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010 Apr;26(4):345-52.

21. Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. *J Prosthodont*. 2011 Feb;20(2):97-100.
22. 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.
23. Silva AV. Avaliação do efeito de diferentes lasers de alte intensidade no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização [Doutoramento]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2011.
24. Sinhoreti MA, Consani S, De Goes MF, Sobrinho LC, Knowles JC. Influence of loading types on the shear strength of the dentin-resin interface bonding. *J Mater Sci Mater Med*. 2001 Jan;12(1):39-44.
25. Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino MA. Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. *Dent Mater J*. 2008 Nov;27(6):849-55.
26. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009 Summer;4(2):130-51.
27. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):289-98.
28. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):299-307.
29. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Scharer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont*. 2004 May-Jun;17(3):285-90.
30. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004 Jun;20(5):449-56.

31. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel. *Nature*. 1975;258:2.
32. Sato T, Shimada M. Transformation of Yttria-Doped Tetragonal ZrO<sub>2</sub> Polycrystals by Annealing in Water. *J Am Ceram Soc*. 1985;68(6):356-9.
33. Li JF, Watanabe R. Phase transformation in Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-partially-stabilized ZrO<sub>2</sub> polycrystals of various grain sizes during low-temperature aging in water. *J Am Ceram Soc*. 1998 Oct;81(10):2687-91.
34. Kim DJ. Influence of aging environment on low-temperature degradation of tetragonal zirconia alloys. *J Eur Ceram Soc*. 1997;17(7):897-903.
35. Drummond JL. In Vitro Aging of Yttria-Stabilized Zirconia. *J Am Ceram Soc*. 1989;72(5): 675-76.
36. 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.
37. Lindgren J, Smeds J, Sjogren G. Effect of surface treatments and aging in water on bond strength to zirconia. *Oper Dent*. 2008 Nov-Dec;33(6):675-81.
38. 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.
39. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998 Jan;14(1):64-71.
40. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent*. 2006 Jun;95(6):430-6.
41. 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.

42. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000;53(4):304-13.
43. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.* 2006 Apr;27(10):2186-92.
44. Chevalier J, Grandjean S, Kuntz M, Pezzotti G. On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications. *Biomaterials.* 2009 Oct;30(29):5279-82.
45. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004 Nov 15;71(2):381-6.
46. 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 Oct 15;71(1):166-71.
47. Chen C, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of an experimental zirconia-silica coating technique on micro tensile bond strength of zirconia in different priming conditions. *Dent Mater.* 2012 May 9.
48. Everson P, Addison O, Palin WM, Burke FJ. Improved bonding of zirconia substructures to resin using a "glaze-on" technique. *J Dent.* 2012 Apr;40(4):347-51.
49. Heikkinen TT, Lassila LV, Matinlinna JP, Vallittu PK. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand.* 2007 Aug;65(4):241-8.
50. Re D, Augusti D, Sailer I, Spreafico D, Cerutti A. The effect of surface treatment on the adhesion of resin cements to Y-TZP. *Eur J Esthet Dent.* 2008 Summer;3(2):186-96.
51. Chai J, Chu FC, Chow TW. Effect of surface treatment on shear bond strength of zirconia to human dentin. *J Prosthodont.* 2011 Apr;20(3):173-9.
52. Attia A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci.* 2011 Aug;19(4):388-95.



53. Attia A, Kern M. Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. *J Prosthet Dent.* 2011 Nov;106(5):319-27.
54. Stabholz A, Sahar-Helft S, Moshonov J. Lasers in endodontics. *Dent Clin North Am.* 2004 Oct;48(4):809-32, vi.
55. Aoki A, Ishikawa I, Yamada T, Otsuki M, Watanabe H, Tagami J, et al. Comparison between Er:YAG laser and conventional technique for root caries treatment in vitro. *J Dent Res.* 1998 Jun;77(6):1404-14.
56. Akin H, Tugut F, Akin GE, Guney U, Mutaf B. Effect of Er:YAG laser application on the shear bond strength and microleakage between resin cements and Y-TZP ceramics. *Lasers Med Sci.* 2012 Mar;27(2):333-8.
57. Foxtton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, et al. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont.* 2011 Feb;20(2):84-92.
58. Paranhos MP, Burnett LH, Jr., Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO2 laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int.* 2011 Jan;42(1):79-89.
59. Akin H, Ozkurt Z, Kirmali O, Kazazoglu E, Ozdemir AK. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. *Photomed Laser Surg.* 2011 Dec;29(12):797-802.
60. Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S. Surface damages of zirconia by Nd:YAG dental laser irradiation. *Dent Mater J.* 2010 Oct 14;29(5):536-41.
61. Chang JC, Powers JM, Hart D. Bond strength of composite to alloy treated with bonding systems. *J Prosthodont.* 1993 Jun;2(2):110-4.
62. Diaz-Arnold A, Keller JC, Wightman JP, Williams VD. Bond strength and surface characterization of a Ni-Cr-Be alloy. *Dent Mater.* 1996 Jan;12(1):58-63.
63. Yoshida K, Atsuta M. Effects of adhesive primers for noble metals on shear bond strengths of resin cements. *J Dent.* 1997 Jan;25(1):53-8.

64. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent.* 2004 Apr;91(4):356-62.
65. 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.* 2006 Apr;77B(1):28-33.
66. 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.
67. Yoshida K, Yamashita M, Atsuta M. Zirconate coupling agent for bonding resin luting cement to pure zirconium. *Am J Dent.* 2004 Aug;17(4):249-52.
68. 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 May;105(5):296-303.
69. Piascik JR, Swift EJ, Braswell K, Stoner BR. Surface fluorination of zirconia: adhesive bond strength comparison to commercial primers. *Dent Mater.* 2012 Jun;28(6):604-8.
70. Piwowarczyk A, Lauer HC. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent.* 2003 Sep-Oct;28(5):535-42.
71. De Goes MF. Cimentos resinosos. *Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores.* São Paulo: Artes Medicas; 1998.
72. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003 May-Jun;28(3):215-35.
73. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2004 Dec;20(10):963-71.

74. Perdigao J, Geraldeli S, Hodges JS. Total-etch versus self-etch adhesive: effect on postoperative sensitivity. *J Am Dent Assoc.* 2003 Dec;134(12):1621-9.
75. Pegoraro TA, da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am.* 2007 Apr;51(2):453-71, x.
76. Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am.* 2011 Apr;55(2):311-32, ix.
77. Hill EE. Dental cements for definitive luting: a review and practical clinical considerations. *Dent Clin North Am.* 2007 Jul;51(3):643-58, vi.
78. Borba M, de Araujo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater.* 2011 Jul;27(7):710-21.
79. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater.* 1995 Mar;11(2):126-31.
80. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent.* 1989 Apr;17(2):61-7.
81. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res.* 1997 Jun;76(6):1298-307.
82. Ozkurt Z, Kazazoglu E, Unal A. In vitro evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zirconia. *Dent Mater J.* 2010 Mar;29(2):138-46.
83. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e50-62.
84. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007 Sep;23(9):1086-92.

85. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e78-93.
86. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res.* 2009 Sep;88(9):817-22.
87. Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Investig.* 2009 Jun;13(2):229-35.
88. Chen L, Suh BI, Kim J, Tay FR. Evaluation of silica-coating techniques for zirconia bonding. *Am J Dent.* 2011 Apr;24(2):79-84.
89. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e11-6.
90. Subasi MG, Inan O. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. *Lasers Med Sci.* 2012 Jul;27(4):735-42.
91. Demir N, Subasi MG, Ozturk AN. Surface roughness and morphologic changes of zirconia following different surface treatments. *Photomed Laser Surg.* 2012 Jun;30(6):339-45.
92. Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by hertzian contacts. *J Dent Res.* 1998 Apr;77(4):589-602.
93. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005 Jan;33(1):9-18.
94. Swain MV, Hannink RHJ. Metastability of the Martensitic-Transformation in a 12 Mol-Percent Ceria Zirconia Alloy .2. Grinding Studies. *J Am Ceram Soc.* 1989 Aug;72(8):1358-64.

95. Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo Cdos R, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2006 Mar;95(3):224-9.
96. Lassila LT, Heikkinen T, Matinlinna J, Vallittu PK. Effect of silicacoating on biaxial flexural strength of zirconia ceramic *J Dent Res*; The Joint Meeting of the Continental European (CED) and Scandinavian (NOF) Divisions of the IADR 2005.
97. Crim GA, Garcia-Godoy F. Microleakage: the effect of storage and cycling duration. *J Prosthet Dent.* 1987 May;57(5):574-6.
98. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, et al. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res.* 2005 Dec;84(12):1160-4.
99. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999 Feb;27(2):89-99.
100. Osman SA, McCabe JF, Walls AW. Film thickness and rheological properties of luting agents for crown cementation. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2006 Mar;14(1):23-7.
101. de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010 May;93(2):318-23.
102. Behr M, Proff P, Kolbeck C, Langrieger S, Kunze J, Handel G, et al. The bond strength of the resin-to-zirconia interface using different bonding concepts. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2011 Jan;4(1):2-8.