



CURSO DE DOUTORADO EM ODONTOLOGIA

WANESSA MARIA DE FREITAS ARAS

**AVALIAÇÃO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE  
ZIRCÔNIA PARA CIMENTAÇÃO ADESIVA**

Guarulhos

2015

WANESSA MARIA DE FREITAS ARAS

**AVALIAÇÃO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE  
ZIRCÔNIA PARA CIMENTAÇÃO ADESIVA**

Tese apresentada à Universidade Guarulhos para  
obtenção do título de Doutor em Odontologia

Área de Concentração: Dentística

Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira  
Co-Orientador: Prof. Dr. José Augusto Rodrigues

Guarulhos

2015

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Bibliotecas Fernando Gay da Fonseca**

A662a

Aras, Wanessa Maria de Freitas

Avaliação de tratamento de superfície de zircônia para cimentação adesiva / Wanessa Maria de Freitas Aras. -- 2015.

56 f.; 31 cm.

Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira

Tese (Doutorado em Odontologia) – Centro de Pós Graduação e Pesquisa, Universidade Guarulhos, Guarulhos, SP, 2015.

1. Cimentação 2. Lasers de Er 3. Zircônio I. Título II. Ferreira, Alessandra Cassoni, (Orientadora). III. Universidade Guarulhos.

CDD. 617.6



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, intitulada "AVALIAÇÃO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE ZIRCÔNIA PARA CIMENTAÇÃO ADESIVA", em sessão pública realizada em 24 de fevereiro de 2015, considerou a candidata WANESSA MARIA DE FREITAS ARAS \_\_\_\_\_.

**COMISSÃO EXAMINADORA:**

1. Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira (UnG)\_\_\_\_\_

2. Prof. Dr. André Figueiredo Reis (UnG)\_\_\_\_\_

3. Prof. Dr. João Paulo Filgueiras (UnG)\_\_\_\_\_

4. Prof. Dr. Ricardo Scarparo Navarro (Unicastelo)\_\_\_\_\_

5. Prof. Dr. Aldo Brugnera Júnior (Unicastelo)\_\_\_\_\_

Guarulhos, 24 de fevereiro de 2015.

*Dedico este trabalho à Deus pela dádiva da Vida, pelas bênçãos diárias e por me permitir trilhar caminhos às vezes árduos, às vezes distantes, sem perder a determinação e o otimismo!*

*À minha inesquecível avó Lindaura, que partiu para o plano espiritual quando iniciava o Doutorado, pelas doces lembranças permeadas por lições de vida e fé!*

*E aos meus queridos pais Roque e Zenaide, por tudo que me ensinaram e me apoiaram, respeitando minhas escolhas e compreendendo as ausências na convicção de que o todo esforço valeria a pena!*

## **Agradecimentos Especiais**

*À Universidade Guarulhos por promover os recursos necessários e ambiente propício ao pleno desenvolvimento da pesquisa científica.*

*À Profa. Dra. Magda Feres, coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, e à Professora Dra. Luciene Cristina de Figueiredo, pela oportunidade de aperfeiçoamento profissional nesta renomada instituição.*

*À minha orientadora, Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira que com sabedoria, paciência e dedicação me conduziu pela seara do conhecimento científico. Minha sincera e eterna gratidão!*

*Ao meu co-orientador, Prof. Dr. José Augusto Rodrigues pelo auxílio valioso em todos os momentos e pelo acolhimento durante o período do Doutorado. Muito Obrigada!*

*Ao Prof. Dr. André Figueiredo Reis pelas oportunas considerações e sugestões a esta pesquisa. Grata!*

*Ao Prof. Dr. César Augusto Arrais pela disponibilidade em dirimir dúvidas e discutir Ciência.*

*Aos demais membros da equipe docente do Programa de Doutorado da UnG, Profs. Dr., Jamil Awad Shibli, Leandro Chambrone, Marcelo de Faveri, Marta Ferreira Bastos e Poliana Mendes Duarte pela atenção e pelos ensinamentos compartilhados.*

*Aos colegas do Doutorado, Ronaldo Viotti e Neila Tamashiro, amigos especiais que me proporcionaram momentos inesquecíveis.*

*Às colegas Marcela Andrade Tucci, Tamires Szeremeske de Miranda, Maria Josefa Mestnik, Michele de Oliveira e Eisla Alline Gomes de Lira cujos laços de amizade se formaram nos corredores da faculdade, e que permanecem firmes pelo carinho mesmo à distância.*

*Ao colega Pedro Henrique Cabral pela amizade e, sobretudo pela solidariedade nos momentos difíceis, tornando-os mais suaves. Muito obrigada!*

*Aos demais colegas do Mestrado e Doutorado, Fábio Yamane Hirata, Dayana Kelly Lopes Hernandez, Leonardo Colombo Zeidan, Rodrigo Ehlers Ilkiu, Antônio Carlos Garcia de Oliveira, Elvis Coelho, Luiz Francisco Mazzillo, Aristides Sousa Júnior, Fabiano Cortez Zanardo, Rafael de Oliveira Dias, Cleverton Corrêa Rabelo, Felipe Vilhena Brilhante, Pablo Santos de Oliveira, Fábio Cozzolino e Roberto Amaral pelos dias alegres de convivência e troca de saberes.*

*Aos colegas Dr. Alberto Blay e Dr. Eduardo Mukai, que muito gentilmente colaboraram para o desenvolvimento deste trabalho.*

*Aos colegas da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia pela compreensão, permitindo-me conciliar as atividades docentes e acadêmicas.*

*Aos meus irmãos Antônio Augusto, Lina Maria e Roque Júnior pelo exemplo de profissionais dedicados à Ciência. E à minha irmã Viviane pelo apoio e cuidados dispensados durante as minhas ausências.*

*À cunhada Solange Lima pela amizade e consideração, acolhendo-me de forma generosa e alegre. Que Deus a abençoe sempre!*

*Aos sobrinhos Breno e Mariana cuja alegria e doçura foram capazes de abrandar a cansativa jornada.*

*A toda minha família e queridos amigos que sempre me apoiaram com gestos de carinho e palavras de incentivo. Muitíssimo obrigada!*

*À Cristina Zoucas, Samantha Carvalho, Áurea Munhoz e funcionários do Programa de Pós-Graduação em Odontologia pelo providencial suporte.*

*À Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP- 2012/14839-0) pelo apoio financeiro a esta pesquisa.*

*Ao Jadson, pelo amor e incentivo em todos os momentos, pela compreensão nas minhas ausências e lutas, fazendo parte desse sonho tão almejado e que se torna realidade!*

*E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho, meu sincero agradecimento e afetuoso abraço!*

**“Os ideais que iluminaram o meu caminho são a bondade,  
a beleza e a verdade.”**

**Albert Einstein (1879-1955)**



## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar diferentes tratamentos de superfície de zircônia (Y-TZP) na resistência de união ao microcisolamento de acordo com o sistema de cimentação. A rugosidade superficial de amostras irradiadas (n=5) com laser de Er,Cr:YSGG (3W; 20Hz; 53,57J/cm<sup>2</sup>); e não irradiadas (n=5) foi analisada por meio de microscopia confocal antes e após a sinterização. Cento e sessenta barras de zircônia IPS e-max ZirCAD (Ivoclar-Vivadent) foram divididas aleatoriamente em 8 grupos conforme o tratamento de superfície (n=20) para o teste de microcisolamento: G1 - sem tratamento (controle); G2 - *primer*; G3 - deposição de sílica; G4 - deposição de sílica + *primer*; G5 - jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; G6 - jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + *primer*; G7 - Laser; G8 - Laser + *primer*. Todos espécimens foram sinterizados antes do tratamento de superfície, com exceção dos grupos irradiados. As barras de cerâmica (5x5x3 mm<sup>3</sup>) foram aderidas aos cimentos resinosos Panavia F (Kuraray, Okayama, Japão) (n=10) ou RelyX ARC (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) (n=10) por meio de moldes de Tygon. As amostras de cada grupo foram avaliadas por meio do teste de microcisolamento com velocidade de 1 mm/min após 24 horas (n=5) e 6 meses de armazenamento (n=5) em umidade relativa (100%) a 37°C. Os dados de rugosidade Ra (µm) e os valores de microcisolamento foram analisados por ANOVA *two-way* e teste Tukey ( $\alpha=0,05$ ). Os fatores "Irradiação" e "Sinterização" foram significativos na avaliação dos valores de Ra ( $p<0,05$ ). Os resultados de Ra, em µm, (em média ± DP) foram: não irradiados= 1,5 (0,8)B; irradiados= 1,8 (0,8)A; pré-sinterização= 0,9 (0,3)b e pós-sinterização= 2,2 (0,5)a ( $p<0,05$ ). Houve diferenças para ambos os cimentos e tempos de armazenamento para os valores de microcisolamento ( $p<0,05$ ). Para o cimento RelyX ARC houve diferenças para os fatores "Tratamento" e "Tempo" ( $p<0,05$ ), mas não houve diferença significativa para interação entre os fatores, sendo que os valores de resistência de união aumentaram após 6 meses de armazenamento. Houve interação entre os fatores para o Panavia F. O modo de fratura predominante foi adesivo. O tratamento com laser de Er,Cr:YSGG antes da sinterização, apesar de apresentar aspectos micromorfológicos indicativos de aumento da área de superfície, não foi suficiente para aumentar os valores de microcisolamento entre a Y-TZP e o cimento resinoso. A deposição de sílica seguida da aplicação do *primer* proporcionou os mais altos valores de microcisolamento imediato. O jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, seguido ou não da aplicação do *primer*, apresentou aumentados valores de resistência de união para o cimento Panavia F. A aplicação do *primer* proporcionou aumento dos valores de microcisolamento entre o RelyX ARC e a Y-TZP para todos os tratamentos de superfície avaliados. O tempo de armazenamento não reduziu os valores de microcisolamento para ambos os cimentos avaliados e foi observada uma influência positiva para o RelyX ARC.

**PALAVRAS-CHAVES:** Zircônia. Tratamento de superfície. Laser de Er,Cr:YSGG. Microcisolamento.

## ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate different zirconia surface (Y-TZP) treatments on the microshear bond strength according with the cementation system. The superficial roughness of Er,Cr:YSGG laser irradiated samples (n=5) (3W; 20Hz; 53.57J/cm<sup>2</sup>); and non-irradiated samples (n=5) was analyzed by confocal microscopy before and after sinterization. One hundred and sixty blocks of IPS e-max ZirCAD (Ivoclar-Vivadent) were randomly divided into 8 groups according surface treatment (n=20) to microshear test: G1- without treatment (control); G2- ceramic primer; G3- silica coating; G4- silica coating + primer; G5- airborne particle (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) abrasion; G6- airborne particle (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) abrasion + primer; G7- laser; G8- laser + ceramic primer. All specimens were sintered before surface treatment except irradiated groups. Ceramic blocks (5x5x3 mm<sup>3</sup>) were adhered with resin cement Panavia F (Kuraray, Okayama, Japan) (n=10) or RelyX ARC (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) (n=10) using plastic tube mold. The specimens of each group were tested by microshear test at a crosshead speed of 1mm/min after 24 h (n=5) or 6 months storage (n=5) at 100% relative humidity at 37°C. Roughness data (Ra, μm) and microshear data was statistically analyzed by two-way ANOVA and Tukey tests (p<0.05). The factors 'Irradiation' and 'Sinterization' were significant on Ra evaluation (p<0.05). The Ra results, in μm, (median ± SD) were: non- irradiated=1.5 (0.8)B; irradiated= 1.8 (0.8)A; pre-sinterization= 0.9 (0.3)b and pos-sinterization= 2.2 (0.5)a (p<0.05). There were differences among groups to both resin cements and storage condition to μSBS (p<0.05). Differences were observed for both cements and storage times for microshear values (p <0.05). For RelyX ARC cement was difference for the factors "Treatment" and "Time" (p <0.05), but there was no significant difference for interaction between factors, and the bond strength values increased after 6 months of storage. There was between factors interaction to Panavia F resin cement. The failure mode predominant was adhesive. The Er,Cr:YSGG laser treatment before sinterization, besides presented micromorphological aspects suggesting surface area increased, was not sufficient to increase μSBS values between YTZ-P and resin cements. The silica coating followed by primer achieved the highest immediate μSBS values. The Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> airborne followed or not by primer increased the μSBS values to Panavia F cement. The primer increased the μSBS values between RelyX ARC and Y-TZP to all evaluated surface treatments. The storage did not reduce the microshear bond strength values to both evaluated cements and presented a positive influence to RelyX ARC.

**KEY WORDS:** Zirconia. Surface treatment. Er,Cr:YSGG laser. Microshear.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria
Er,Cr:YSGG	Érbio, Cromo dopado com Ítrio, Escândio, Gálio e Granada
W	Watts
Hz	Hertz
J/cm <sup>2</sup>	Joules por centímetro quadrado
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de alumínio
mm <sup>3</sup>	Milímetro cúbico
mm/min	Milímetro por minuto
°C	Graus Celsius
Ra	Rugosidade superficial
µm	Micrômetro
DP	Desvio padrão
p	p-valor
Nd:YAG	Neodímio: Ítrio, Alumínio, Granada
Er:YAG	Érbio: Ítrio, Alumínio, Granada
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
MDP	10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato
Bis-GMA	Bisfenol metacrilato de glicidila
°C/min	Graus Celsius por minuto
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
nm	Nanômetro

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	13
2.1 Zircônia Tetragonal Policristalina Estabilizada por Ítria (Y-TZP).....	13
2.2 Métodos de Condicionamento de Superfície.....	15
2.3 Cimentação Adesiva.....	20
3. PROPOSIÇÕES.....	25
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	26
4.1 Preparos dos Corpos-de-prova.....	26
4.2. Parâmetros do Laser.....	27
4.3. Análise da Rugosidade Superficial.....	27
4.4 Tratamento de Superfície.....	27
4.5 Cimentação.....	30
4.6 Ensaio de Microcislhamento.....	31
4.7 Análise do Padrão de Fratura.....	31
4.8 Análise Estatística.....	32
5. RESULTADOS.....	33
5.1 Rugosidade Superficial.....	33
5.2 Microcislhamento.....	36
5.3 Padrão de Fratura.....	38
6. DISCUSSÃO.....	42
7. CONCLUSÕES.....	48
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	49

## 1. INTRODUÇÃO

Cerâmicas de alto teor cristalino, à base de alumina ou zircônia, apresentam, como vantagens, excelentes propriedades físico-mecânicas e biocompatibilidade, estando indicadas como material de infraestrutura para restaurações estéticas indiretas e próteses parciais fixas (Sadan et al., 2005a). O sucesso clínico das cerâmicas reforçadas depende de uma adequada adesão destas ao elemento dental, a qual possibilita a prevenção da microinfiltração, o aumento da retenção, a melhor adaptação marginal e maior resistência à fratura (Blatz, 2004; Atsu et al., 2006; Blatz et al., 2010; Thompson et al., 2011; Ural et al., 2010).

Em razão da zircônia pura ser muito instável, apresentando uma estrutura monoclinica à temperatura ambiente, compostos específicos são adicionados ao material para conferir maior estabilidade (Denry; Kelly, 2008; Akin et al., 2011). A adição dos agentes estabilizadores levou ao desenvolvimento de dois dos três sistemas cerâmicos à base de zircônia para aplicação odontológica: a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) e a zircônia parcialmente estabilizada por magnésio-dopado (Mg-PSZ). A alumina reforçada por zircônia (ZTA), ao contrário, tem a estabilidade alcançada em função do tamanho e morfologia das partículas, bem como da localização (Denry; Kelly, 2008; Kelly; Denry, 2008). Dentre estas cerâmicas, a Y-TZP tem tido destaque e o seu uso vem aumentando significativamente nos últimos anos em razão, dentre outras propriedades, da melhor resistência mecânica comparada às cerâmicas feldspáticas, à base de leucita e de dissilicato de lítio (Kern; Wegner, 1998; Piconi; Maccauro, 1999; Ozkurt; Kazazoglu, 2010).

Em relação à cimentação da cerâmica de zircônia, embora a técnica convencional com o uso do cimento de fosfato de zinco ou de cimento ionômero modificado por resina seja indicada, tal procedimento não promove valores satisfatórios de resistência de união (Blatz et al., 2003; Blatz, 2004). Por isso, tem-se preconizado a cimentação adesiva por ser mais efetiva em proporcionar o desejável selamento marginal bem como a adequada retenção (Kern; Wegner, 1998; Blatz et al., 2003; Palacios et al., 2006; Ural et al., 2010). Por outro lado, para que a cimentação adesiva cumpra o seu papel na formação de uma interface de

união estável é necessário, antes, preparar a superfície cerâmica, de modo mecânico ou químico-mecânico (Kern; Wegner, 1998; Senyilmaz et al., 2007). Tem sido propostos alguns tratamentos de superfície como por exemplo, o jateamento com partículas de óxido de alumínio, a deposição triboquímica de sílica e mais recentemente, a irradiação com o laser a fim de aumentar a área de adesão e modificar a energia de superfície da cerâmica, possibilitando o molhamento desta pelos agentes cimentantes (Kern; Wegner, 1998; Ozcan; Vallittu, 2003; Wolfart et al., 2007).

Por outro lado, vários autores concordam a respeito das dificuldades existentes quanto à adesão da zircônia à estrutura dental por meio dos agentes cimentantes resinosos em virtude das características de superfície e composição, o que pode comprometer a longevidade clínica do tratamento reabilitador (Kern; Wegner, 1998; Blatz et al., 2003; Bottino et al., 2005; Amaral et al., 2006; Atsu et al., 2006; Derand et al., 2008; Blatz et al., 2010; Foxton et al., 2011). Portanto, faz-se necessária a realização de estudos laboratoriais e clínicos sobre protocolos de cimentação adesiva que proporcionem maior estabilidade de união para a interface zircônia-cimento-dente.

## **2. REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1 Zircônia Tetragonal Policristalina Estabilizada por Ítria (Y-TZP)**

O óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) ou zircônia se apresenta, devido à sua natureza polimórfica, em três formas cristalográficas a depender da temperatura sem que haja alteração química. São elas: monoclinica (temperatura ambiente até  $1170^{\circ}C$ ), tetragonal ( $1170 - 2370^{\circ}C$ ) e cúbica ( $2370 - 2680^{\circ}C$ ). A transformação de fase é um fenômeno que ocorre durante o resfriamento da zircônia quando há mudança no arranjo da estrutura cristalina. Fatores mecânicos externos também podem desencadear o processo. A principal transformação é de tetragonal para monoclinica ( $t \rightarrow m$ ), pois está associada ao aumento em volume de 3 a 5%, o que ocasiona tensões de cisalhamento no interior da zircônia com posterior formação de trincas, podendo levar à fraturas (Hannink et al., 2000; Thompson et al., 2011; Silva, 2011). Em contrapartida, o aumento em volume e as tensões induzem ao

stress compressivo na superfície ou na extremidade e ao redor da trinca. Dessa maneira, para que a trinca aumente a sua extensão ou se propague pelo corpo cerâmico terá de obter a energia necessária para sobrepor às tensões compressivas presentes nas suas proximidades. A este mecanismo, em que há o aumento da resistência do material frente à propagação de trincas, denomina-se tenacidade ou tenacificação e é o responsável pelo notável desempenho da zircônia (Denry; Kelly, 2008; Kim et al., 2010).

A zircônia pode ser estabilizada na fase tetragonal em temperatura ambiente, desde que alguns agentes estabilizantes sejam adicionados como, por exemplo, óxido de cálcio (CaO), óxido de magnésio (MgO), óxido de cério (CeO<sub>2</sub>) e óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Com a adição dos óxidos foi possível obter sistemas cerâmicos para serem utilizados na Odontologia, tais como a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) e a zircônia parcialmente estabilizada por magnésio-dopado (Mg-PSZ). A cerâmica Y-TZP, por exemplo, com 2-3% mol de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tem tido boa aceitação entre os profissionais em virtude de ser um material com maior versatilidade, apresentando excelentes propriedades mecânicas como elevada tenacidade e dureza, além de biocompatibilidade (Sadan et al., 2005b; Denry; Kelly, 2008). Os principais sistemas cerâmicos e respectivos fabricantes são: Cercon (Dentsply Prosthetics), Lava (3M ESPE), YZ Ceram (Vita Zahnfabrik), Procera (Nobel Biocare) e IPS e-max ZirCAD (Ivoclar) (Kelly; Denry, 2008; Thompson et al., 2011).

A literatura é unânime quanto à dificuldade de se obter adesão satisfatória ao cimento resinoso pelo fato da zircônia ser uma cerâmica “ácido-resistente”, sendo necessário aplicar tratamentos de superfície efetivos e baseados em retenção física a fim de que haja o embricamento micromecânico do cimento resinoso e alguma interação química por meio de *primers* ou silanos (Blatz, 2004; Blatz et al., 2010; De Souza et al., 2010; Azimian et al., 2012; Cura et al., 2012). Entretanto, a zircônia parcialmente estabilizada na fase tetragonal à temperatura ambiente pode, sob estado de tensão, estar sujeita à formação de trincas que levam à transformação t→m. Desse modo, mais grãos tetragonais podem se transformar em monoclinos por meio de tratamentos de superfície e induzir a tensões compressivas numa profundidade de alguns micrômetros (Guazzato et al., 2004). Luthardt et al. (2002) alertam para que o jateamento com partículas abrasivas não seja aplicado na zircônia porque poderia causar microfraturas que reduziriam a

resistência e levariam à falha catastrófica e prematura, porém faltam dados conclusivos a respeito da relação tratamentos de superfície versus fenômeno da transformação de fase.

## **2.2 Métodos de Condicionamento de Superfície**

O condicionamento com ácido hidrofúorídrico previamente à cimentação adesiva produz bons resultados para as cerâmicas à base de sílica como dissilicato de lítio, feldspática e alumina (Torres et al., 2009; Eduardo et al., 2012). Entretanto, o principal problema no preparo da superfície da zircônia advém da ausência de dióxido de sílica e da fase vítrea, o que torna este material resistente ao tratamento de superfície convencional baseado no condicionamento com ácido hidrofúorídrico (Kern; Wegner, 1998; Blatz et al., 2003; Bottino et al., 2005; Amaral et al., 2006; Atsu et al., 2006; Wolfard et al., 2007; Akin et al., 2011). A falta de sílica também impossibilita que se forme a união sílica-silano necessária para obter a adesão química entre cerâmica e cimento resinoso. Ademais, quimicamente a zircônia é essencialmente não-polar e inerte (Thompson et al., 2011).

Kara et al. (2011) defendem a necessidade de preparar adequadamente a superfície interna da cerâmica, proporcionando uma retenção micromecânica do cimento resinoso às microirregularidades recém-criadas. No caso da zircônia, devido às suas propriedades físicas e composição, são necessários métodos mais agressivos de abrasão mecânica, ou pelo contrário, tratamentos não-destrutivos a fim de ativar ou funcionalizar a superfície inerte quimicamente (Luthardt et al., 2002; Thompson et al., 2011). Desse modo, pesquisadores têm discutido e avaliado distintos protocolos de modificação de superfície, entre eles, o jateamento com óxido de alumínio (Valandro et al., 2008; Akyil et al., 2010; Blatz et al., 2010; Casucci et al., 2011; Foxton et al., 2011; Subasi; İnan, 2012), a deposição triboquímica de sílica ou silicatização (Hummel; Kern, 2004; Valandro et al., 2008; Akyil et al., 2010; Subasi; İnan, 2012), o condicionamento com ácido aquecido (Xie et al., 2013), o revestimento com alumina nano-estruturada (Jevnikar et al., 2010); e o condicionamento e infiltração seletivos (Aboushelib et al., 2007; Aboushelib, 2011; Casucci et al., 2011).

Outro aspecto discutido na literatura é a realização do tratamento de superfície da cerâmica previamente à sinterização da Y-TZP, por ter apresentado



resultados promissores (Monaco et al., 2011; Moon et al., 2011; Silva, 2011). Moon et al. (2011) afirmam que, quando o jateamento é realizado antes da sinterização devem ser utilizadas partículas de  $Al_2O_3$  de maior tamanho que no jateamento pós sinterização, no caso 70 e 50  $\mu m$  respectivamente, devido à contração de 20% em volume que ocorre na cerâmica durante a sinterização. Silva (2011) observou por meio da análise da rugosidade que o laser de Nd:YAG (1,2 W; 20Hz; 84,92 J/cm<sup>2</sup>) para tratamento da Y-TZP antes da sinterização promove altos valores de rugosidade superficial. Desse modo, o tratamento de superfície da Y-TZP antes da sinterização final pode ser uma alternativa eficaz uma vez que é obtida uma superfície microrretentiva, sem a desvantagem da indução de defeitos e transformação de fase da cerâmica.

### 2.2.1 Jateamento com Óxido de Alumínio ( $Al_2O_3$ )

É considerado um dos tratamentos de superfície mais utilizados por sua capacidade de aumentar, mecanicamente, a rugosidade da zircônia, e conseqüentemente, a área de superfície da cerâmica, facilitando o molhamento e posterior, embricamento micromecânico da resina (Kim et al., 2005; Wolfart et al., 2007). Subasi e İnan (2012) ao compararem o jateamento com óxido de alumínio e dois métodos para condicionamento da zircônia (Laser de Er:YAG e deposição triboquímica de sílica) verificaram que todos os tratamentos podem ser aplicados, sendo que o jateamento foi o mais efetivo para obter retenção micromecânica. Foi demonstrado, em pesquisas, que o jateamento com óxido de alumínio promove os maiores valores de rugosidade superficial e de resistência de união (Blatz et al., 2010; Subasi; İnan, 2012).

Por outro lado, mesmo sendo um método efetivo (Kim et al., 2005; Wolfart et al., 2007; Subasi; İnan, 2014), Luthardt et al. (2002) e Thompson et al. (2004) destacam que o jateamento com partículas abrasivas não deveria ser aplicado, particularmente na zircônia, porque a resultante formação de trincas poderia repercutir negativamente nas propriedades mecânicas da cerâmica. A pressão utilizada, o tempo de aplicação e o tamanho das partículas de óxido de alumínio seriam os fatores responsáveis pela formação de trincas no material. Buscando esclarecer os “possíveis danos” à cerâmica, Curtis et al. (2006) analisaram a influência do tamanho das partículas de óxido de alumínio (25, 50 e 110  $\mu m$ )

utilizadas no jateamento sobre a resistência flexural biaxial dos espécimes de zircônia e não encontraram diferenças estatísticas entre os grupos jateados. Kosmac et al. (2000) afirmaram que, jatear a superfície da zircônia com partículas de 110 µm poderia torná-la mais resistente. Qeblawi et al. (2010) relataram que não houve alterações na resistência flexural quando partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> revestidas por sílica (30 µm) foram aplicadas sobre a superfície de Y-TZP. Além disso, nenhuma formação de trinca visível após tratamento de superfície foi observada ao microscópio eletrônico de varredura (Subasi; İnan, 2012).

### 2.2.2 Deposição Triboquímica de Sílica

Devido à ausência de sílica na zircônia, técnicas de deposição têm sido desenvolvidas para aproveitar a adesão química fornecida pela silanização (Thompson et al., 2011). A deposição triboquímica de sílica é comumente utilizada também para revestir ligas metálicas e cerâmicas à base de alumina (Kern; Wegner, 1998; Bottino et al., 2005; Atsu et al., 2006). A deposição de sílica (Atsu et al., 2006; Eduardo et al., 2012; Kirmali et al., 2014; Subasi; İnan, 2012) é uma técnica na qual a camada de sílica sobre a cerâmica é produzida pela aceleração de partículas de alumina modificadas por sílica que se chocam contra a superfície. O impacto de alta velocidade das partículas provoca o aumento da temperatura, levando à formação de um triboplasma. Componentes do abrasivo são incorporados na superfície até uma profundidade de 15 µm (adesão química), e um aumento de quase 20% do teor de sílica de cerâmica pode ser observado após o tratamento com Rocatec.

Dessa maneira, a deposição de sílica promove valores de resistência de união ainda maiores quando um agente silano e um cimento resinoso contendo monômeros fosfatados são utilizados (Eduardo et al., 2012; Gomes et al., 2013). Este fato é resultado da combinação de ambos os mecanismos de adesão micromecânica e química. Em outras palavras, tal técnica, além de preparar a superfície para receber o silano, propicia a formação de retenções micromecânicas essenciais para a estabilidade da união (Thompson et al., 2011).

Atsu et al. (2006) observaram os efeitos do jateamento de partículas de óxido de alumínio (125 µm), silanização, deposição triboquímica de sílica (Sistema Cojet, 3M ESPE), e uma associação de agente adesivo/silano sobre a resistência ao

cisalhamento da cerâmica à base de óxido de zircônio (Cercon, Degudent), empregando o cimento resinoso Panavia F (Kuraray). Constatou-se que a deposição de sílica pelo método Cojet e a aplicação de um agente adesivo contendo MDP (monômero fosfato) aumentou a resistência de união entre cerâmica de óxido de zircônio e agente resinoso (Panavia F). Estudo desenvolvido por Valandro et al. (2008) investigou, por meio de testes de microtração e cisalhamento, a resistência de união de uma cerâmica à base de zircônia e alumina submetida ao jateamento e à deposição de sílica, ambos seguidos por silanização. Observaram que, a deposição triboquímica de sílica mais o uso do silano foram capazes de alcançar os mais altos valores de resistência de união, independentemente do ensaio mecânico empregado. Também foi possível verificar que a técnica de deposição de sílica pode apresentar resultados similares aos do jateamento (Akyil et al., 2010), sendo considerada uma alternativa viável para cerâmicas ácido-resistentes.

### 2.2.3 Lasers

O uso da tecnologia laser na Odontologia tem sido ampliado em face das suas indicações tais como: redução da sensibilidade dentinária, remoção de cáries, clareamento, preparos cavitários, aumento da osseointegração sobre implantes de zircônia e asperização (pré-cimentação) de superfícies cerâmicas reforçadas. Os principais tipos de laser utilizados são Nd:YAG (Neodímio: Ítrio, Alumínio, Granada), Er:YAG (Érbio: Ítrio, Alumínio, Granada) e CO<sub>2</sub> (Dióxido de Carbono) (Cavalcanti et al., 2009a; Kara et al., 2011; Miranda et al., 2015). O laser atua sobre as superfícies de modo fototérmico, ou seja, seu princípio se baseia na conversão da energia luminosa em calor (Coluzzi, 2004).

O laser é capaz de promover alterações superficiais não apenas nos tecidos dentais como também nos materiais restauradores, levando à fusão e solidificação dessas estruturas (Turkmen et al., 2006). Nos últimos anos, diversos estudos têm investigado a utilização de diferentes comprimentos de onda na forma de lasers como, por exemplo, Er:YAG, Nd:YAG e CO<sub>2</sub> para condicionar a superfície cerâmica, previamente à cimentação (Demir et al., 2012 ; Erdem et al., 2014). Em alguns trabalhos, o objetivo principal foi avaliar a resistência de união da zircônia irradiada ao cimento resinoso (Cavalcanti et al., 2009a; Akyil et al., 2010; Kara et

al., 2011; Foxton et al., 2011; Akin et al., 2011; Paranhos et al., 2011; Eduardo et al., 2012; Subasi; İnan, 2012). Os resultados demonstram divergências quanto à obtenção de uma superfície irregular propícia para a adesão. Segundo Akin et al. (2011), os lasers podem constituir um meio fácil e seguro de alterar a superfície dos materiais. Embora o laser seja alvo de pesquisas, Kara et al. (2011) alertam que há pouca informação no que se refere aos efeitos desta tecnologia sobre os materiais cerâmicos.

Akin et al. (2011) compararam diferentes tipos de lasers (Er:YAG, Nd:YAG e CO<sub>2</sub>) em relação ao jateamento com óxido de alumínio por meio de testes de cisalhamento e concluíram que os lasers de Er:YAG e Nd:YAG foram capazes de aumentar a resistência de união da zircônia. Subasi e İnan (2012) não encontraram diferença estatística entre o grupo irradiado com o laser de Er:YAG e o grupo silicatizado no que se refere à rugosidade superficial. Ambos os grupos apresentaram superfície suavemente irregular. Demir et al. (2012) defendem o uso do laser de Er:YAG ao contrário de Erdem et al. (2014) e Lin et al. (2013) que verificaram não haver melhora na resistência de união quando se utiliza a irradiação. Paranhos et al. (2011) afirmaram que o pré-tratamento com laser de Nd:YAG, associado ou não a métodos de abrasão, cria rugosidades na superfície de zircônia e aumenta significativamente a adesão ao cisalhamento para o Panavia F. Enquanto que Noda et al. (2010) não recomendaram a aplicação do Nd:YAG na zircônia tetragonal.

Diante da razoável quantidade de trabalhos publicados que investigaram as superfícies irradiadas de cerâmicas ácido-resistentes, existem poucos trabalhos que abordaram outros tipos de laser como, por exemplo, o de Er,Cr:YSGG (Érbio, Cromo dopado com Ítrio, Escândio, Gálio e Granada). Eduardo et al. (2012) avaliaram o uso do laser de Er,Cr:YSGG em cerâmica à base de alumina e concluíram que o mesmo apresentou resistência de união comparável ao tratamento triboquímico de sílica, indicando a irradiação como procedimento alternativo para obter adesão das cerâmicas ao cimento resinoso. Em outro estudo, foi demonstrado o potencial do laser de Er,Cr:YSGG em alterar as características de superfície da zircônia (Miranda et al., 2015). Silva (2011) realizou uma pesquisa com o intuito de avaliar os efeitos dos lasers de Nd:YAG, CO<sub>2</sub> e Er,Cr:YSGG no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP antes e depois da sinterização final, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), mensuração da

rugosidade de superfície e teste de resistência de união ao microcisalhamento. A autora concluiu que os tratamentos de superfície com todos os lasers testados nos parâmetros de irradiação após a sinterização, provocaram danos à cerâmica Y-TZP. Os tratamentos com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG antes da sinterização, apesar de apresentarem características micromorfológicas sugestivas de aumento da área de superfície, não foram suficientes para aumentar a resistência de união entre a Y-TZP e os cimentos resinosos testados.

Contudo, a literatura escassa e os achados controversos a respeito do uso do laser como tratamento de superfície alternativo para zircônias (Subasi; İnan, 2012) dificultam a seleção de um protocolo por parte do profissional dentista que estabeleça o tipo de laser mais apropriado bem como os parâmetros para a aplicação segura e efetiva sem prejuízo nas propriedades mecânicas deste substrato cerâmico.

### **2.3 Cimentação Adesiva**

Em paralelo às pesquisas sobre os tratamentos de superfícies viáveis para cerâmicas ácido-resistentes, trabalhos foram realizados com o intuito de analisar protocolos de cimentação, buscando compreender melhor as interações físico-químicas de uma interface de união forte e estável. Blatz et al. (2004) alertam que a interface zircônia-cimento resinoso têm sido pouca avaliada. Yoshida et al. (2006), por sua vez, afirmam que uma forte adesão entre o cimento resinoso e a zircônia pode ser alcançada pela aplicação prévia sobre o substrato cerâmico de agentes de união tais como os *primers* e silanos. Desse modo, o bom desempenho clínico das próteses fixas em cerâmica não se restringe apenas às propriedades mecânicas melhoradas dos materiais, mas também, ao que indica a literatura, depende do processo de cimentação (Cavalcanti et al., 2009a).

Cavalcanti et al. (2009a) analisaram a influência dos métodos de condicionamento de superfície e de *primers* metálicos na resistência de união de cimentos resinosos à Y-TZP (Cercon Smart Ceramics, Degudent, Hanau, Germany). Grupos experimentais foram estabelecidos de acordo com a combinação do tratamento de superfície (controle, jateamento com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou laser de Er:YAG), *primer* para metal (controle, Alloy Primer, Metal Primer II ou Metaltite) e cimento resinoso à base de Bis-GMA (Calibra) ou à base de MDP

(Panavia F2.0). A análise mostrou que os tratamentos de superfície foram capazes de alterar significativamente a topografia da cerâmica Y-TZP, sendo que o jateamento resultou em aumento da resistência de união para ambos os cimentos. Para as superfícies sem tratamento, os dois cimentos foram similares. Enquanto que os *primers* metálicos aumentaram significativamente os valores de resistência de união, independentemente do tratamento de superfície e do cimento. Concluíram, portanto, que o jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  e a aplicação de *primers* metálicos leva à maior resistência de união para Y-TZP cimentada com qualquer um dos dois cimentos resinosos.

De Souza et al. (2010) por exemplo, analisaram o efeito de *primers* e sistemas de cimentação sobre a resistência de união da zircônia. As amostras de zircônia foram tratadas quimicamente com Alloy Primer (Kuraray) ou com Epiguard Primer (Kuraray), ambos contendo o monômero ácido funcional (MDP). Todos os espécimes foram cimentados com RelyX Unicem (3M ESPE) ou com Panavia 21 (Kuraray). Após os ensaios de microtração, observou-se que os grupos pré-tratados com o Alloy Primer apresentaram valores de resistência de união superiores aos dos grupos que receberam o Epiguard Primer e nos grupos controle, os resultados foram inferiores. Além disso, o uso do agente cimentante RelyX Unicem resultou em resistência de união maior em relação ao Panavia 21. Os autores defendem que a aplicação de *primer* com MDP pode aumentar a resistência de união entre a zircônia e o cimento resinoso, mesmo sem tratamento mecânico prévio a depender do sistema de cimentação utilizado.

Kitayama et al. (2010) submetem cerâmicas à base de sílica (GN-1 Ceramic Block – GC) e zircônia (Cercon – Degudent) ao jateamento com partículas de óxido de alumínio ( $70\mu m$ ), sendo que para cada agente cimentante metade dos espécimes recebeu logo após o *primer* e a outra, não. Os grupos (*primer* e cimento resinoso) foram os seguintes: Tokuso Ceramic Primer - Bistiti II (Tokuyama Dental); CG Ceramic Primer - Linkmax (GC); RelyX Ceramic Primer - RelyX ARC (3M ESPE); Clearfil Ceramic Primer - Panavia F2.0 (Kuraray); Shofu Porcelain Primer ou AZ Primer - Resicem (Shofu). Os dados obtidos pelos testes de tração revelaram que os *primers* contendo silano são efetivos para cerâmicas à base de sílica e que os *primers* com MDP ou monômero éster fosfato elevam a resistência de união dos cimentos resinosos à zircônia.

A influência do jateamento e de *primers* metálicos na resistência ao cisalhamento de três diferentes cimentos resinosos para a cerâmica Y-TZP foi também avaliada. Espécimes de zircônia (Rainbow–Dentium) delineados aleatoriamente em 12 grupos conforme o tratamento (controle, jateamento, aplicação de *primer* metálico ou jateamento mais *primer* metálico), e cimento resinoso (dupla polimerização: Panavia F 2.0 – Kuraray; polimerização química: Superbond C&B – Sunmedical; autoadesivo: MBond Tokuyama Dental Corp.) foram testados. Verificou-se que o método de condicionamento de superfície aplicado apenas com *primers* metálicos pode não garantir adesão durável da zircônia aos cimentos resinosos. Ademais, o jateamento associado a *primers* mostrou-se eficaz para todos os cimentos, sobretudo para Panavia F 2.0. Os autores destacam ainda a necessidade de desenvolver um *primer* específico para zircônia, ao invés do uso de *primers* metálicos e cerâmicos disponíveis no mercado odontológico (Yun et al., 2010).

Um trabalho desenvolvido por Yoshida et al. (2006) observou a resistência de união de um cimento resinoso ao óxido de zircônio puro e à zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP), bem como a influência do MDP Primer e do Zirconate Primer por meio de ensaio de resistência de união ao cisalhamento. Metade das amostras serviu como controle, não recebendo tratamento, enquanto que a outra metade foi submetida a vários *primers* em concentrações variadas (*primer* à base de MDP em etanol; agente de união contendo zirconato em etanol; ou mistura de ambas as soluções). Os autores consideraram que a mistura do monômero MDP com o agente de união à base de zirconato foi efetiva para adesão forte entre o cimento resinoso dual e a Y-TZP. Ou seja, cimentos resinosos com monômeros funcionais acídicos adesivos não precisam ser utilizados se o *primer* a ser aplicado apresenta substâncias funcionais em sua composição.

Em um estudo de Blatz (2004) no qual se avaliou a resistência de união de diferentes silanos e cimentos para zircônia, as amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio (50µm) e distribuídas em 4 grupos: 1- Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Activador e cimento Panavia F; 2- Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Activador e cimento RelyX ARC; 3- Ceramic Primer/ Single Bond e cimento RelyX ARC; 4- Cimento Panavia F sem aplicação de silano. Os espécimes permaneceram armazenados em água destilada por 3 e 180 dias antes dos testes

de resistência ao cisalhamento. Concluiu-se que o envelhecimento artificial reduz significativamente a resistência de união e que, a aplicação do agente silano contendo monômero fosfato promove uma adesão superior para ambos os cimentos.

Em relação aos sistemas de cimentação, é crucial conhecer a formulação e as propriedades físicas tendo em vista a melhor associação de materiais para obter interface adesiva de qualidade entre zircônia e agentes cimentantes. Segundo Diaz-Arnold (1999) e Anusavice (2005), os cimentos resinosos são variações de resinas contendo Bis-GMA e outros metacrilatos. A unidade básica dos cimentos resinosos pode ser o Bis-GMA ou UEDMA associados à monômeros de baixa viscosidade (TEGDMA, EGDMA), além de 23 cargas inorgânicas (lítio, alumínio e óxido de silício entre outros) envolvidas por silano. A resina aglutinante combinada com partículas cerâmicas e sílica coloidal também está presente na composição. Tais cimentos contêm menor percentual volumétrico de partículas incorporadas à matriz orgânica a fim de adequar sua viscosidade às condições específicas e desejáveis de cimentação (Anusavice, 2005).

O desenvolvimento de novos monômeros resinosos que pudessem interagir melhor com a superfície de óxidos metálicos resultou em um desempenho notável dos cimentos contendo MDP na resistência de união ao substrato de zircônia (Kern; Wegner, 1998; Wolfart et al., 2007). Estes monômeros se comportam tal como os silanos, sendo moléculas bifuncionais que se unem em uma extremidade aos óxidos metálicos da cerâmica e, na outra, possuem grupamentos que se copolimerizam com a parte orgânica dos cimentos (Kern; Wegner, 1998; Wolfart et al., 2007; Piasek et al., 2011).

Associações de tratamentos de superfícies e agentes de união e/ou cimentantes também estão sendo propostos como forma de melhorar a adesão da interface cerâmica-dente (Blatz, 2004; Blatz et al., 2010; De Souza et al., 2010; Azimian et al., 2012; Cura et al., 2012). Foi demonstrado que o uso apenas de cimentos à base de MDP não é suficiente para uma boa adesão entre o agente cimentante e a zircônia (Ozcan et al., 2011). Wegner e Kern (2000) propuseram a combinação de jateamento e uso de cimento resinoso contendo monômero fosfato a fim de obter uma adesão durável à cerâmica de zircônia. Román-Rodríguez et al. (2010), recomendaram para a cerâmica à base de alumina, também ácido-



resistente, o mesmo método, acrescentando como outra alternativa, o uso de deposição de sílica e do cimento Variolink II.

Em uma análise geral da literatura, a respeito da técnica de cimentação adesiva, o uso de *primers* metálicos (Román-Rodríguez et al., 2010; De Souza et al., 2011), de cimentos resinosos à base de monômero fosfato (Blatz et al., 2010; De Souza et al., 2011 ) e a associação de agente de união à base de zirconato-monômero fosfato (Yoshida et al., 2006) têm sido recomendados com o objetivo de melhorar a adesão da interface cerâmica – cimento resinoso – dente. Amaral et al. (2006) e Subasi e İnan (2012) observam que, apesar da existência de protocolos de condicionamento de superfície para cerâmicas de zircônia, a escolha do método mais efetivo ainda é controversa e não há consenso na literatura. Tal opinião também é compartilhada por outros autores (Kitayama et al., 2010; Qeblawi et al., 2010; Yun et al., 2010; Aboushelib et al., 2011).

Portanto, ainda existe a necessidade de se estabelecer o tratamento de superfície mais adequado para a zircônia, o qual não afete as suas excelentes propriedades mecânicas e ao mesmo tempo, proporcione uma adesão mais estável e confiável da interface cerâmica-cimento-dente.

### 3. PROPOSIÇÕES

Os propósitos do presente estudo foram:

1. Analisar o efeito da irradiação com Laser de Er,Cr:YSGG na rugosidade superficial por meio do parâmetro Ra ( $\mu\text{m}$ ) com base nas imagens da microscopia confocal de luz branca.
2. Avaliar o efeito do tratamento de superfície de zircônia, utilizando-se diferentes protocolos, sobre a resistência de união entre dois cimentos resinosos e a YTZ-P.
3. E analisar se o armazenamento em umidade relativa por 6 meses afeta a resistência de união.

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Preparo dos Corpos-de-prova

Blocos cerâmicos pré-sinterizados oriundos do processamento tipo CAD/CAM (IPS e-max® ZirCAD for inLab B 40L, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) foram acoplados em uma cortadeira metalográfica de precisão (ISOMET 100, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). Cortes foram executados por um disco de diamante (Series 15 LC Diamond n° 11-4254, Buehler, Lake Buff, IL, USA) com 250 rpm e sob refrigeração a água. Desse modo, 160 barras foram obtidas nas dimensões iniciais de 6x6x4 mm<sup>3</sup>.

A padronização da superfície foi realizada em ambos os lados das barras com a utilização de um instrumento cortante rotatório diamantado (ICRD), similar ao do módulo de usinagem do CEREC® Inlab (Figura 1), acoplado a um micromotor para que, com movimentos pendulares, fosse obtido um substrato mais plano e próximo daquele obtido após fresagem de blocos cerâmicos (Silva, 2011).



**Figura 1.** Ponta diamantada utilizada para a padronização da superfície cerâmica.

Posteriormente, 120 barras foram sinterizadas em um forno (Zyrcomat, Vita Zahnfabrik, Alemanha) a uma temperatura de 1.530°C por 2 horas, com taxa de aquecimento de 25°C/min e tempo de resfriamento de 7,5 horas (Borba et al., 2011). Devido à contração da ordem de 20% da zircônia, os blocos ficaram com

dimensão final de, aproximadamente,  $5 \times 5 \times 3 \text{ mm}^3$ . As 40 barras restantes (para serem utilizadas nos grupos G7 e G8) foram inicialmente irradiadas com laser de Er,Cr:YSGG e, após esse passo, sinterizadas da mesma forma que as demais.

#### **4.2 Parâmetros do Laser**

A superfície foi coberta com grafite para aumentar a absorção de energia (Cavalcanti et al., 2009b). Foi utilizado o laser de Er,Cr:YSGG (iPlus, Waterlase, Biolase, CA, USA) com os seguintes parâmetros: comprimento de onda de 2.780 nm; ponta G6 (safira) com diâmetro de 600  $\mu\text{m}$ , potência de 3 W, taxa de repetição de 20 Hz, focado a 1 mm de distância da superfície, modo de varredura manual por 30 segundos, resfriamento ar/água (65% e 55%, respectivamente) e densidade de energia de  $53,57 \text{ J/cm}^2$  (Silva, 2011).

#### **4.3 Análise da Rugosidade Superficial**

A rugosidade superficial de dez amostras foi calculada por meio de microscopia confocal antes e após a sinterização em estudo prévio. Barras de Y-TZP não irradiadas (controle,  $n=5$ ) e irradiadas com o laser de Er,Cr:YSGG (teste,  $n=5$ ) foram utilizadas. As amostras foram avaliadas por meio de microscopia confocal de luz branca (Leica Scan DCM 3D, Leica Microsystem, Suíça) com objetiva de 50X em  $254,64 \mu\text{m}$  de comprimento ( $768 \times 576$  pixels). A rugosidade superficial (parâmetro  $R_a$ ,  $\mu\text{m}$ ) foi calculada pelo software Leica DCM 3D Dual Core Profile (Leica Microsystems Ltda., Suíça). A média dos valores de  $R_a$  e o desvio padrão foram calculados por meio de 5 leituras das barras de zircônia não irradiadas (controle) e irradiadas (teste), antes e após a sinterização.

Imagens da micromorfologia superficial das áreas avaliadas e uma imagem da superfície oposta ao tratamento foram obtidas (50X).

#### **4.4 Tratamento de Superfície**

Os materiais utilizados para o tratamento de superfície e a cimentação estão discriminados na Tabela 1.

Inicialmente, os blocos foram limpos em uma cuba ultrassônica, contendo solução de isopropanol a 96% durante 3 minutos com o intuito de remover as impurezas superficiais. Em seguida, foram secos com leve jato de ar através da seringa tríplice.

**Tabela 1.** Materiais utilizados no estudo (Fonte: fabricante).

Nome comercial	Definição	Fabricante	Lote	Principais Componentes
IPS e-max® ZirCAD for inLab B 40L	Bloco poroso de óxido de zircônio	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein	K14590	Óxido de zircônio (ZrO <sub>2</sub> ), óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) e óxido de ítrio (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
RelyX™ Ceramic Primer	Agente de união pré-hidrolisado à base de silano	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	N316733	Etanol, água, metacriloxipropiltrimetoxisilano
RelyX ARC	Cimento resinoso	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	1302900656	<b>Pasta A:</b> partícula de cerâmica tratada com silano, Bis-GMA, TEGDMA, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcional. <b>Pasta B:</b> partícula de cerâmica tratada com silano, Bis-GMA, TEGDMA, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcional. <b>Condicionador:</b> 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> <b>Adesivo:</b> Bis-GMA, HEMA, UDMA, dimetacrilatos, etanol, água, canforoquinona, fotoiniciadores, ácido copolímero polialquenoico, partículas de sílica
Panavia F	Cimento resinoso	Kuraray Medical Inc, Okayama, Japão	00311A 00185A 00255A 00033A	<b>ED Primer A:</b> HEMA, 10-MDP, 5-NMSA, água, acelerador <b>ED Primer B:</b> 5-NMSA, acelerador, água, benzeno sódico sulfinato <b>Pasta A:</b> 10-MDP, sílica silanizada, dimetacrilato aromático e alifático hidrofóbico, dimetacrilato fotoiniciador hidrofílico, peróxido de benzoíla <b>Pasta B:</b> vidro de bário silanizado, fluoreto de sódio, sulfinato aromático sódico, monômero dimetacrilato, pigmentos
Clearfil Ceramic Primer	Agente de união	Kuraray Noritake Dental Inc, Okayama, Japão	00023A	Monômero fosfato (10- MDP), 3-(trimetoxisilil) propil metacrilato (MPTS), etanol
Óxido de Alumínio	Partículas de alumina	Bioart, São Carlos, SP, Brasil	2498	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm)
Rocatec Soft ®	Partículas de óxido de alumínio modificado por ácido silícico	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	1304010478/ 506373	Óxido de alumínio modificado por ácido silícico (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> , 30 µm)

Abreviaturas: Bis-GMA, bisfenol glicidil dimetacrilato; TEGDMA, trietileno glicol dimetacrilato; HEMA, 2-hidroxiethylmetacrilato; UDMA, uretano dimetacrilato; 10-MDP, 10-metacriloxidecilo dihidrogênio fosfato; 5-NMSA, N-metacrilolil-5-ácido aminosalicílico.

A distribuição dos espécimes pelos grupos experimentais (Tabela 2) se deu de forma aleatória conforme o cimento resinoso, o tipo de tratamento de superfície

(n=20) e dentro do grupo, subdivididos segundo o tempo de armazenagem em água destilada a 37°C, por 24 horas (n=10) ou por 6 meses (n=10), antes do ensaio de microcisalhamento. O delineamento foi feito do seguinte modo:

**Grupos G1-RX e G1-PF:** não receberam qualquer tipo de tratamento.

**Grupos G2-RX e G2-PF:** somente aplicação do RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e do Clearfil Ceramic Primer (Kuraray Medical Inc, Okayama, Japão), respectivamente, de acordo com as recomendações do fabricante.

**Grupos G3-RX e G3-PF:** as barras foram tratadas com um processo triboquímico por meio de jateamento com partículas de sílica (Rocatec Soft, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) com jato de partículas de 30 µm aplicado perpendicularmente à superfície, a uma distância de 10 mm, tempo de 15 segundos e pressão de 2,8 bars (0,28 MPa).

**Grupos G4-RX e G4-PF:** utilização do sistema Rocatec Soft seguido da aplicação de um agente de união. Para o G4-RX, foi aplicado o RelyX Ceramic Primer e para o G4-PF, o Clearfil Ceramic Primer (Kuraray CO., Okayama, Japan), conforme as instruções dos fabricantes.

**Grupos G5-RX e G5-PF:** foi realizado o jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (50 µm), utilizando jateador Microetcher (Danville, Danville, CA, USA) perpendicular à superfície, a uma distância de 10 mm, tempo de 15 segundos e pressão de 2,8 bars (0,28 MPa).

**Grupos G6-RX e G6-PF:** mesmo protocolo de jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, porém seguido pela aplicação do *primer* correspondente.

**Grupos G7-RX e G7-PF:** irradiação das amostras com o laser de Er,Cr:YSGG (iPlus, Waterlase™, Biolase, USA) por um único operador treinado. Os parâmetros utilizados foram os mesmos descritos anteriormente: 3W; 20 Hz; 1 mm de distância; 30 segundos; e resfriamento ar/água (65% e 55%, respectivamente).

**Grupos G8-RX e G8-PF:** mesmo protocolo de irradiação com o laser de Er,Cr:YSGG, seguido pela aplicação do *primer* correspondente.

**Tabela 2.** Cimentos resinosos, grupos experimentais e tratamentos de superfície.

<b>Cimento</b>	<b>Grupo</b>	<b>Tratamento</b>
RelyX ARC	G1-RX	Sem tratamento
	G2-RX	<i>Primer</i>
	G3-RX	Deposição de sílica com Rocatec Soft® (30 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars)
	G4-RX	Deposição de sílica com Rocatec Soft® (30 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars) + <i>Primer</i>
	G5-RX	Jateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars)
	G6-RX	Jateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars) + <i>Primer</i>
	G7-RX	Laser de Er,Cr:YSGG (3 W; 20 Hz; 53,57 J/cm <sup>2</sup> )
	G8-RX	Laser de Er,Cr:YSGG (3 W; 20 Hz; 53,57 J/cm <sup>2</sup> ) + <i>Primer</i>
Panavia F	G1-PF	Sem tratamento
	G2-PF	<i>Primer</i>
	G3-PF	Deposição de Sílica com Rocatec Soft® (30 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars)
	G4-PF	Deposição de Sílica com Rocatec Soft® (30 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars) + <i>Primer</i>
	G5-PF	Jateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars)
	G6-PF	Jateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm; 10 mm; 15 seg; 2,8 bars) + <i>Primer</i>
	G7-PF	Laser de Er,Cr:YSGG (3 W; 20 Hz; 53,57 J/cm <sup>2</sup> )
	G8-PF	Laser de Er,Cr:YSGG (3 W; 20 Hz; 53,57 J/cm <sup>2</sup> ) + <i>Primer</i>

#### 4.5 Cimentação

A manipulação do cimento resinoso foi feita conforme as orientações do fabricante. Quatro moldes de Tygon (0,75 mm de diâmetro interno X 1,65 mm de diâmetro externo – ref. 130) de 1 mm de altura foram, então, preenchidos, um por vez, com o cimento resinoso (RelyX ARC ou Panavia F) e dispostos sobre a superfície de cada bloco de cerâmica. Uma fonte de luz LED de alta potência (Radii Cal Plus, SDI Limited, Bayswater, Victoria, Australia), cuja ponta foi posicionada perpendicularmente e ativada uma única vez, foi selecionada para iniciar a polimerização física do material resinoso pelo tempo de 40 segundos. O controle

da intensidade de luz foi feito através de um radiômetro (Cure Rite, Dentsply Caulk, Milford, USA) com aferição da potência do aparelho realizada previamente ao uso. Finalizada a cimentação, os corpos-de-prova de cada grupo foram armazenados em recipientes contendo gaze umedecida com água destilada em umidade relativa de 100% e levados a uma estufa com temperatura constante de 37°C (Modelo Q316M5, Quimis, Diadema - São Paulo, Brasil) por 24 horas (n=5) ou 6 meses (n=5).

#### **4.6 Ensaio de Microcislamento**

Decorridos os tempos de 24 horas ou 6 meses, cada bloco de cerâmica com quatro tubos de Tygon foi posicionado e fixado por meio de um adesivo do tipo cianocrilato (Super Bonder Gel®, Loctite Ltda., São Paulo, Brasil) em um dispositivo da máquina de ensaio universal (EZ Test, Shimadzu Corp, Kyoto, Japan). Um fio ortodôntico de aço (0,2 mm de diâmetro) foi posicionado, cuidadosamente, de modo a contornar o cilindro de cimento resinoso, o qual foi submetido a uma força de microcislamento a uma velocidade de 1 mm/min até o descolamento da interface cerâmica-cimento (Foxton et al., 2011). Assim, quatro repetições foram realizadas para cada bloco.

#### **4.7 Análise do Padrão de Fratura**

Posteriormente, as superfícies fraturadas foram avaliadas e as imagens registradas através de uma câmera acoplada ao microdurômetro (Digital Microhardness Tester, HVS- 1000, Panambra, São Paulo) e conectado a um computador. Para a classificação das falhas, de acordo com Fonseca et al. (2009), considerou-se a área da superfície cerâmica envolvida nos testes de microcislamento, ou seja, em um bloco de zircônia foram analisadas, separadamente, quatro regiões correspondentes à adesão dos quatro cilindros de cimento resinoso. Desse modo, cada região foi dividida em quadrantes e o padrão de fratura predominante foi registrado da seguinte forma: sendo fratura do tipo adesiva (rompimento da interface cimento-cerâmica) ou coesiva (no cimento), se qualquer um desses tipos predominaram em 3 ou mais quadrantes; ou sendo



fratura mista, se 2 quadrantes apresentaram fratura coesiva e os outros 2, fratura adesiva.

#### **4.8 Análise Estatística**

Os valores de rugosidade superficial e de microcislamento foram analisados estatisticamente por ANOVA a dois fatores e pelo Teste de Tukey com nível de significância de 5% (Biostat, Maringá, PR, Brasil). E o padrão de fratura foi apresentado descritivamente por meio de frequência relativa.

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Rugosidade Superficial

Na avaliação dos valores de Ra o fator “Sinterização” e “Irradiação” foram significativos ( $p < 0,05$ ), mas não houve diferença significativa para interação dos fatores ( $p = 0,766$ ). Os valores de Ra aumentaram após a sinterização e nos grupos irradiados.

A Tabela 3 apresenta os efeitos da irradiação com laser de Er,Cr:YSGG nos valores de rugosidade (Ra em  $\mu\text{m}$ ), desvio padrão dos grupos avaliados e os resultados do teste de Tukey.

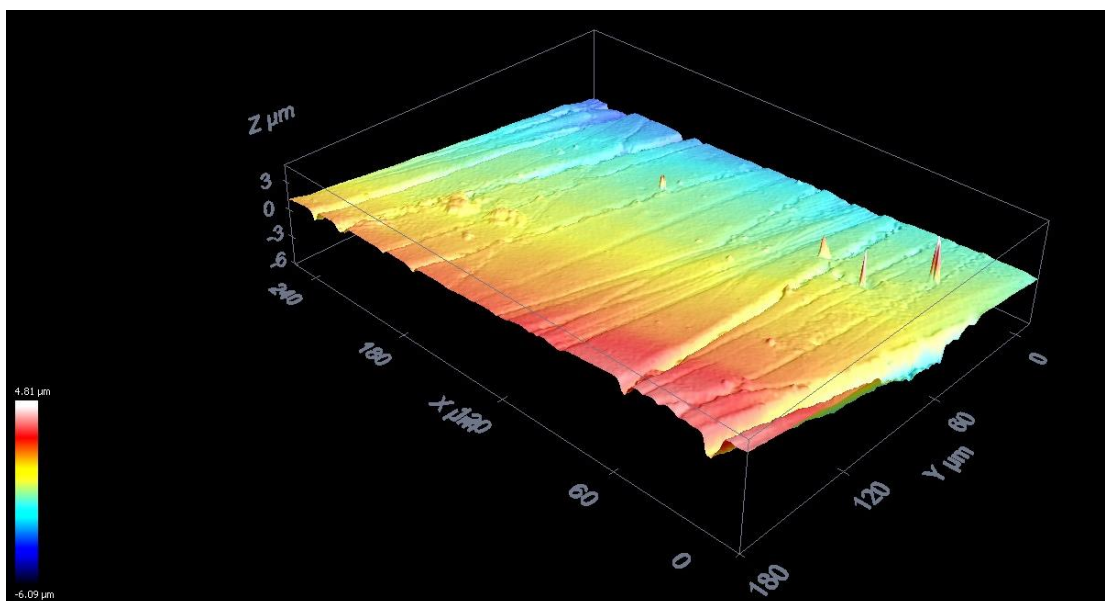
**Tabela 3.** Média [desvio padrão] do parâmetro Ra ( $\mu\text{m}$ ) e o resultado do teste de Tukey para os grupos avaliados.

Tratamento Ra, $\mu\text{m}$	Pré-sinterização (n=5) Ra, $\mu\text{m}$	Pós-sinterização (n=5) Ra, $\mu\text{m}$	
Controle (n=5)	0,6 [0,01]	1,9 [0,3]	1,5 [0,8]B
Irradiado (Laser Er, Cr:YSGG) (n=5)	1,1 [0,3]	2,5 [0,6]	1,8 [0,8]A
	0,9 [0,3]b	2,2 [0,5]a	

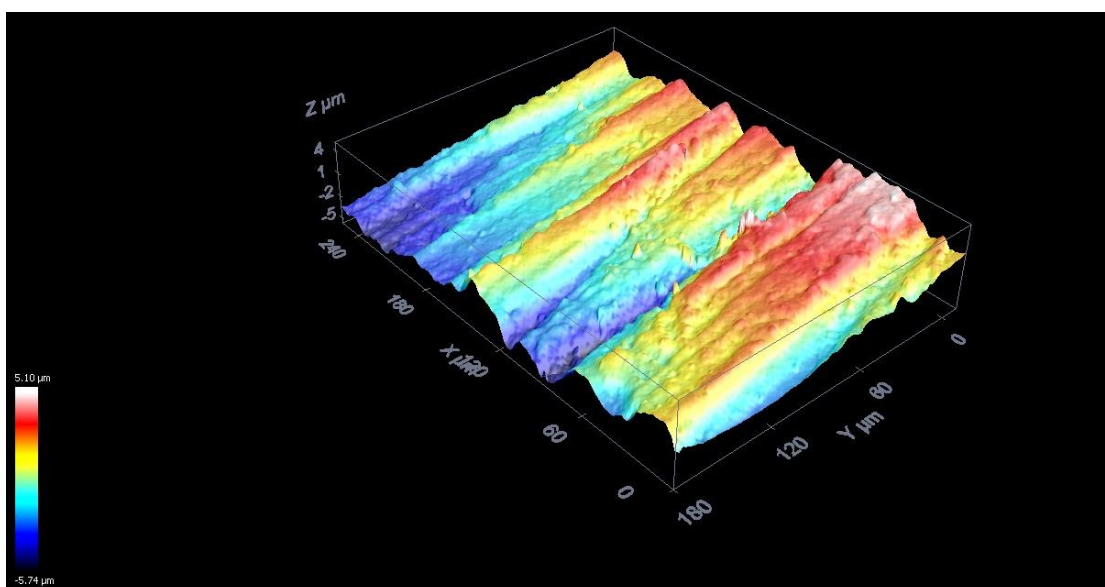
Médias seguidas por letras maiúsculas diferentes na coluna e minúsculas na linha indicam diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ).  
n=número de amostras

Os valores de rugosidade (Ra) foram maiores após a sinterização e irradiação da cerâmica (Tabela 3).

As Figuras 2, 3, 4, 5 e 6 apresentam as imagens obtidas das superfícies de zircônia pré e pós-sinterizadas, respectivamente, de acordo com o tratamento de superfície. A Figura 2 apresenta uma imagem representativa 3D da zircônia pré-sinterizada da superfície oposta ao tratamento. As Figuras 3 e 4 apresentam imagens representativas 3D das superfícies de zircônia pré-sinterizadas avaliadas: não irradiadas (controle) e irradiadas (teste), respectivamente.



**Figura 2.** Imagem da superfície de zircônia pré-sinterizada pós corte na cortadeira metalográfica (aumento de 50x).



**Figura 3.** Imagem da superfície de zircônia pré-sinterizada não-irradiada pós tratamento de padronização com o rotatório (aumento de 50x).

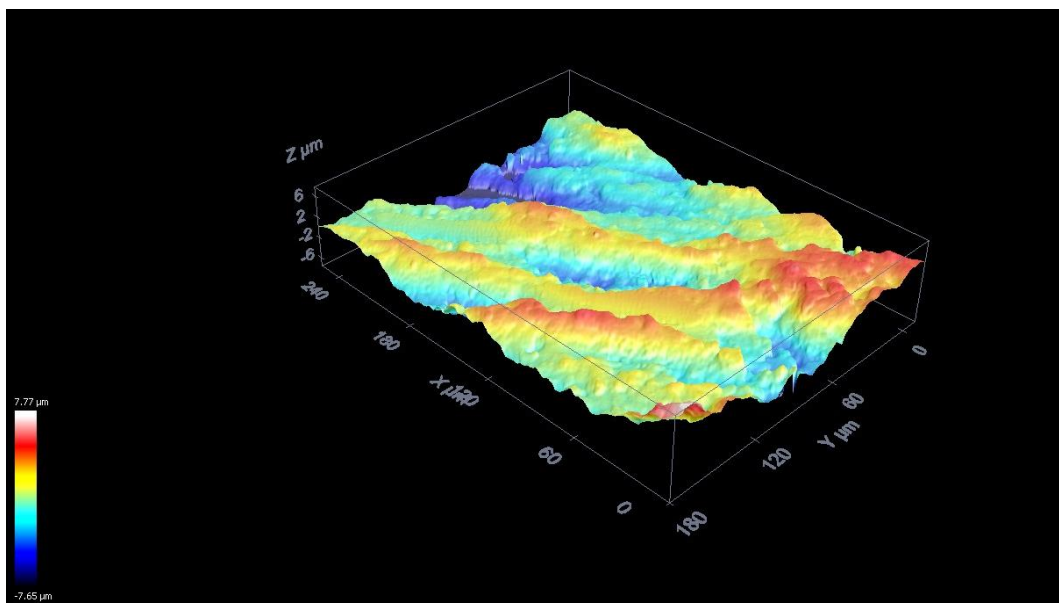


Figura 4. Imagem da superfície de zircônia pré-sinterizada padronizada com o rotatório e irradiada com laser de Er,Cr:YSGG (aumento de 50x).

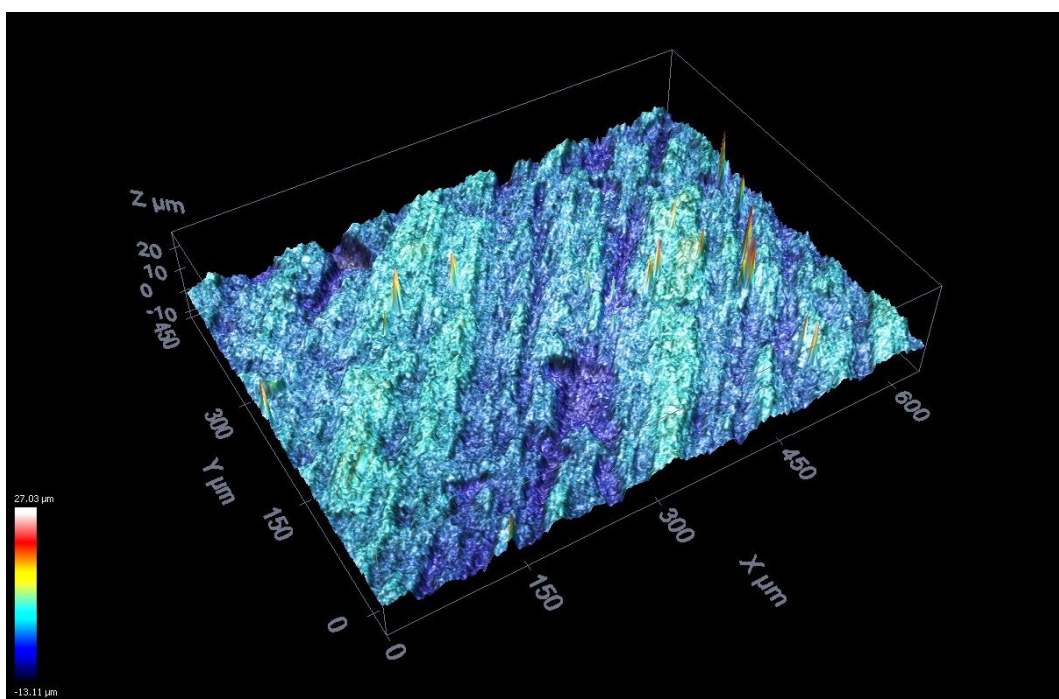
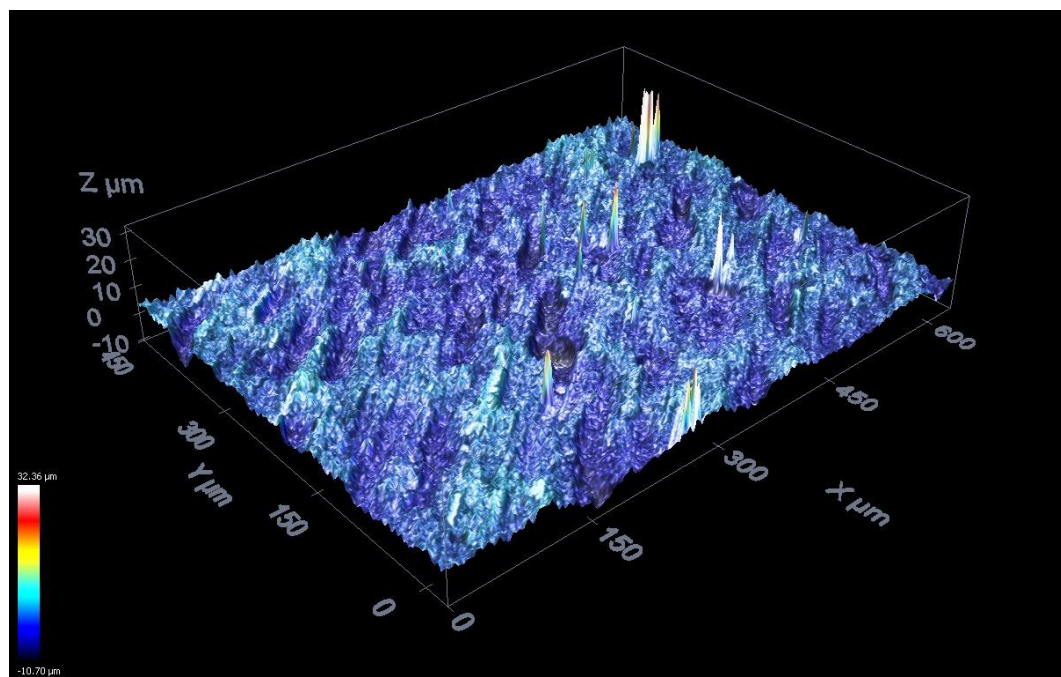


Figura 5. Imagem da superfície de zircônia pós-sinterização não-irradiada pós tratamento de padronização com o rotatório (aumento de 50x).



**Figura 6.** Imagem da superfície de zircônia pós-sinterização padronizada com o rotatório e irradiada com laser de Er,Cr:YSGG (aumento de 50x).

As Figuras 5 e 6 apresentam imagens representativas 3D das superfícies de zircônia pós-sinterizadas avaliadas: não irradiadas (controle) e irradiadas (teste), respectivamente.

## 5.2 Microcisalhamento

ANOVA mostrou diferenças estatisticamente significativas para os valores de microcisalhamento ( $p < 0,05$ ) para ambos os cimentos. Para o cimento RelyX ARC, houve diferenças para os fatores “Tratamento” e “Tempo” ( $p < 0,05$ ), sem diferença significativa para interação entre os fatores.

A Tabela 4 mostra as médias, desvio-padrão e resultados do teste de Tukey para o cimento RelyX ARC.

**Tabela 4.** Valores médios de microcisalhamento (MPa), desvio-padrão, falhas pré-teste e resultados do Teste de Tukey dos grupos avaliados (RelyX ARC).

RelyX ARC	24hs	Falhas Pré-Teste	6 meses	Falhas Pré-Teste	
G1-RX – Controle	3,8 (2,2)	2/20	1,5 (1,3)	3/20	2,7 (2,1) d
G2-RX - <i>Primer cerâmico</i>	11,3 (7,8)	5/20	10,4 (4,8)	4/20	10,9 (6,1) bc
G3-RX – Silicatização	12,9 (1,4)	3/20	17,0 (7,3)	3/20	14,9 (5,4) b
G4-RX - Silicatização + <i>primer</i>	21,1 (8,6)	1/20	28,7(6,4)	0/20	24,9 (8,2) a
G5-RX - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm)	2,5 (0,6)	2/20	6,5 (3,6)	0/20	4,5 (3,2) cd
G6-RX - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm) + <i>primer</i>	12,0 (5,5)	0/20	18,9 (5,5)	0/20	15,4 (6,3) b
G7-RX - Er, Cr:YSGG	1,2 (0,4)	1/20	1,6 (0,4)	4/20	1,4 (0,4) d
G8-RX - Er, Cr:YSGG + <i>primer</i>	13,0 (5,8)	0/20	17,5 (4,4)	0/20	15,3 (5,4) b
	9,7 (9,3) B		12,8 (12,2) A		

Médias seguidas por letras minúsculas na coluna e maiúsculas na linha indicam diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ).

O tratamento com laser de Er,Cr:YSGG antes da sinterização não foi suficiente para aumentar a resistência de união entre a Y-TZP e o RelyX ARC. As amostras submetidas à deposição de sílica seguida da aplicação do *primer* (grupo G4-RX) apresentaram os maiores valores entre os tratamentos de superfície avaliados.

O grupo controle (G1-RX) assim como o grupo submetido ao jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (G5-RX) e o grupo irradiado previamente à sinterização (G7-RX) apresentaram os menores valores de resistência de união, independente do tempo de armazenamento. Observou-se aumento de resistência de união entre o RelyX ARC e a Y-TZP para todos os tratamentos de superfície avaliados após a aplicação do *primer*. Os valores de resistência de união do cimento RelyX ARC aumentaram após 6 meses de armazenamento.

Para o cimento Panavia F houve diferença significativa para interação entre os fatores “Tratamento” e “Tempo” ( $p < 0,05$ ). A Tabela 5 mostra os valores exploratórios e os resultados de Tukey para o cimento Panavia F.

**Tabela 5.** Valores médios de microcisalhamento (MPa), desvio-padrão, falhas pré-teste e resultados do teste de Tukey dos grupos avaliados (Panavia F).

Panavia F	24 hs	Falhas Pré-Teste	6 meses	Falhas Pré- Teste
G1-PF – Controle	2,5 (2,0) Bcb	5/20	7,1 (1,4) Abcd	2/20
G2-PF - <i>Primer cerâmico</i>	3,6 (1,9) Bcb	11/20	10,6 (3,1) Abc	2/20
G3-PF – Silicatização	3,2 (0,9) Acb	5/20	5,0 (1,1) Acde	1/20
G4-PF - Silicatização + <i>primer</i>	9,9 (5,0) Aa	2/20	10,9 (4,3) Abc	1/20
G5-PF - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm)	10,9 (2,4) Ba	1/20	18,7 (2,9) Aa	0/20
G6-PF - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (50 µm) + <i>primer</i>	9,9 (3,1) Aa	1/20	12,9 (2,8) Aab	1/20
G7-PF - Er, Cr:YSGG	0,5 (0,3) Ac	5/20	0,5 (0,1) Ae	0/20
G8-PF - Er, Cr:YSGG + <i>primer</i>	6,6 (5,9) Aabc	4/20	3,2 (2,2) Ade	2/20

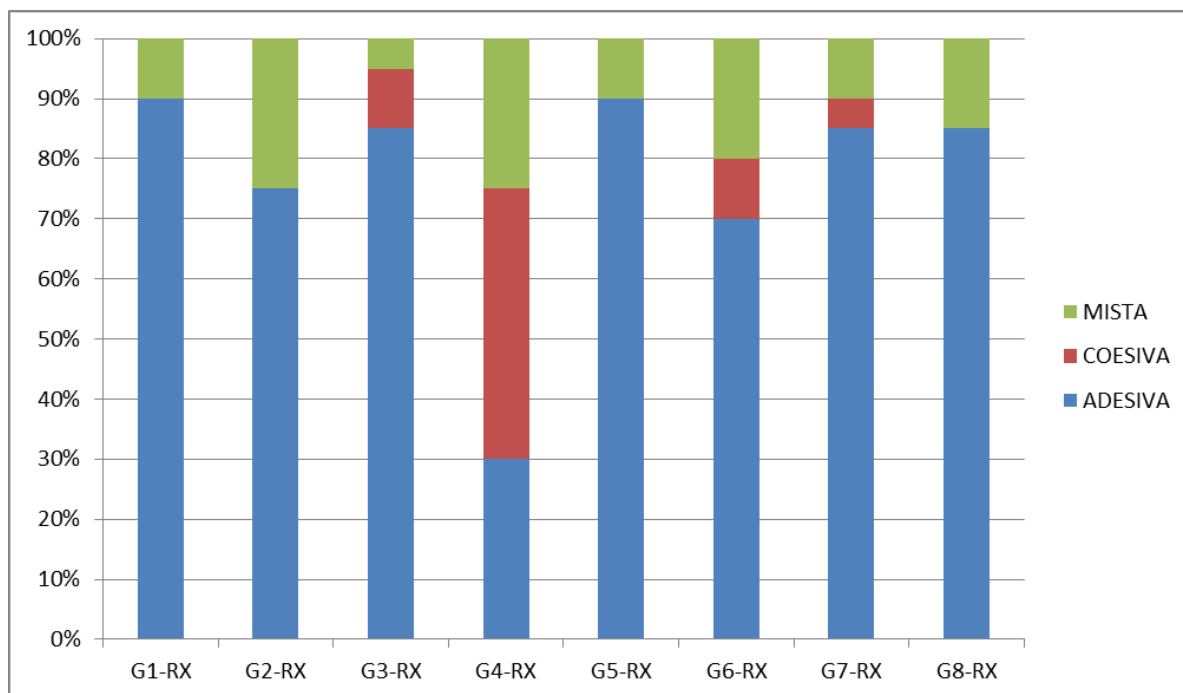
Médias seguidas por letras minúsculas na coluna e maiúsculas na linha indicam diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ).

O grupo irradiado com laser de Er, Cr:YSGG previamente à sinterização sem aplicação de *primer* (G7-PF) apresentou os menores valores de resistência de união, com resultados mais favoráveis na avaliação de 24 hs. O jateamento com óxido de alumínio, seguido ou não da aplicação do *primer*, assim como a deposição de sílica seguida da aplicação do *primer*, na avaliação de 24 hs, apresentaram os maiores valores de resistência de união (Tabela 5).

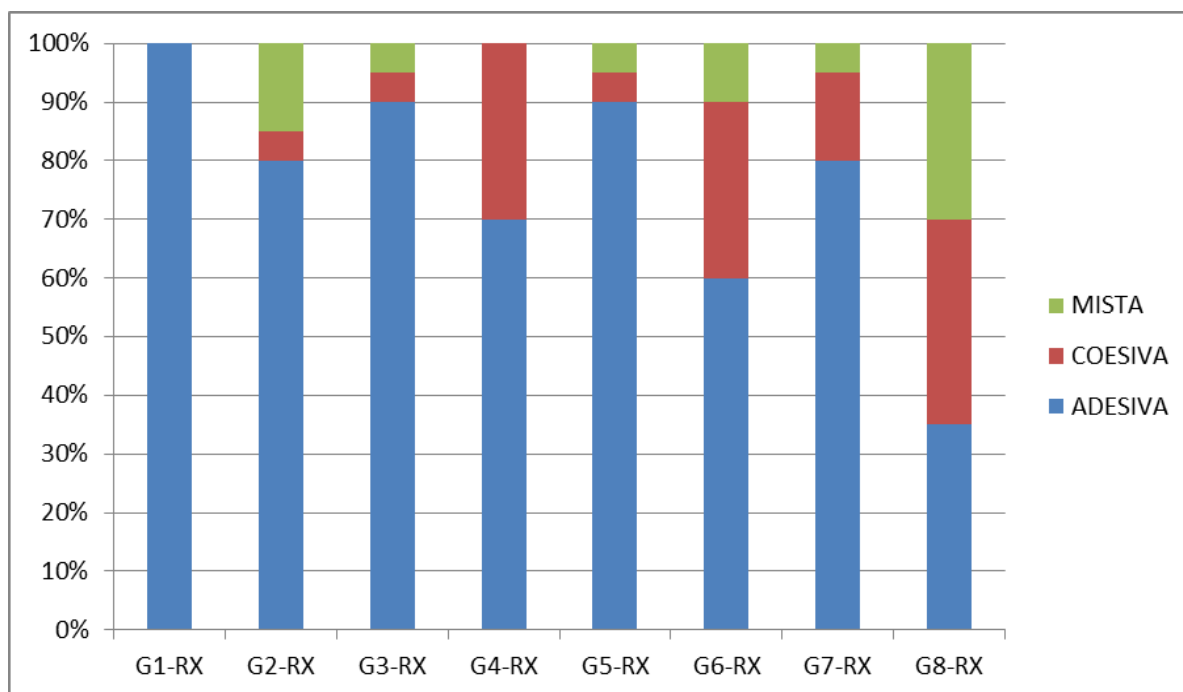
Os valores de resistência de união do cimento Panavia F aumentaram após 6 meses de estocagem para o grupo controle (G1-PF), grupo *primer* (G2-PF) e para as amostras jateadas com óxido de alumínio (G5-PF), permanecendo sem diferenças estatisticamente significativas nos demais grupos.

### 5.3 Padrão de Fratura

Observou-se que o padrão de fratura predominante foi adesivo como demonstrado nos gráficos 1, 2, 3 e 4. Os gráficos 1 e 2 apresentam o padrão de fratura obtido para o cimento RelyX ARC, sendo que houve predominância de fraturas adesivas, com exceção do grupo deposição de sílica seguido de *primer* (G4-RX) que apresentou padrão de fratura do tipo coesivo aumentado.



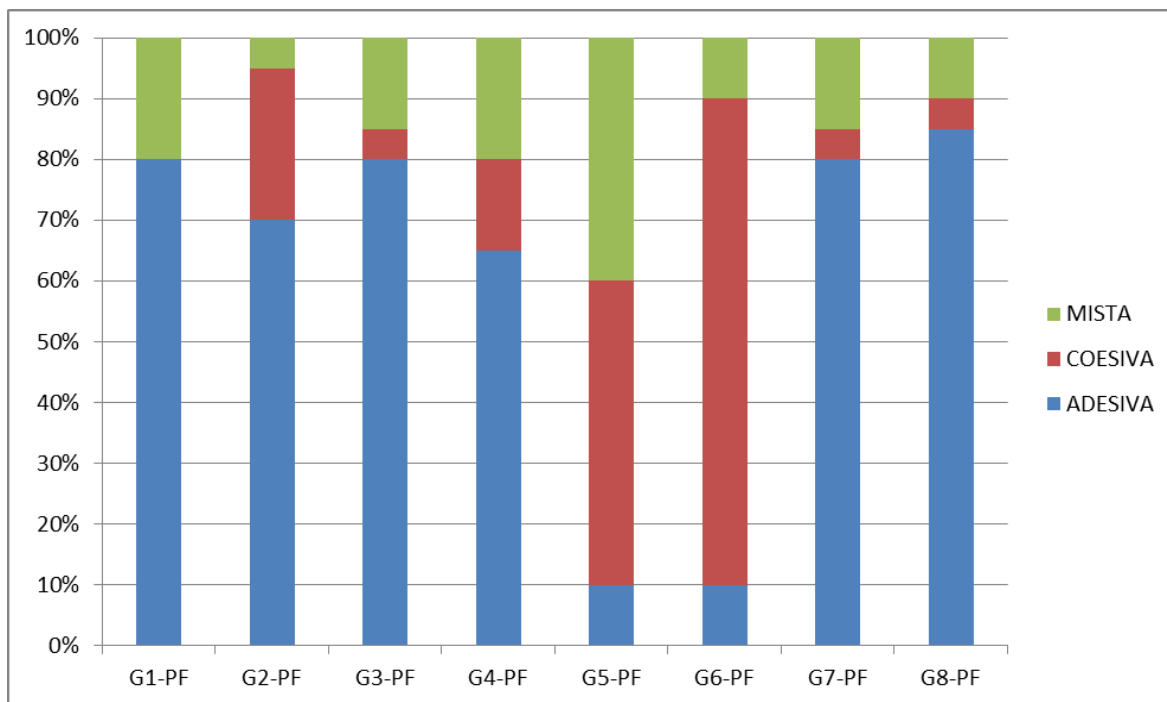
**Gráfico 1.** Análise descritiva dos padrões de fratura em (%) dos grupos RelyX ARC 24hs.



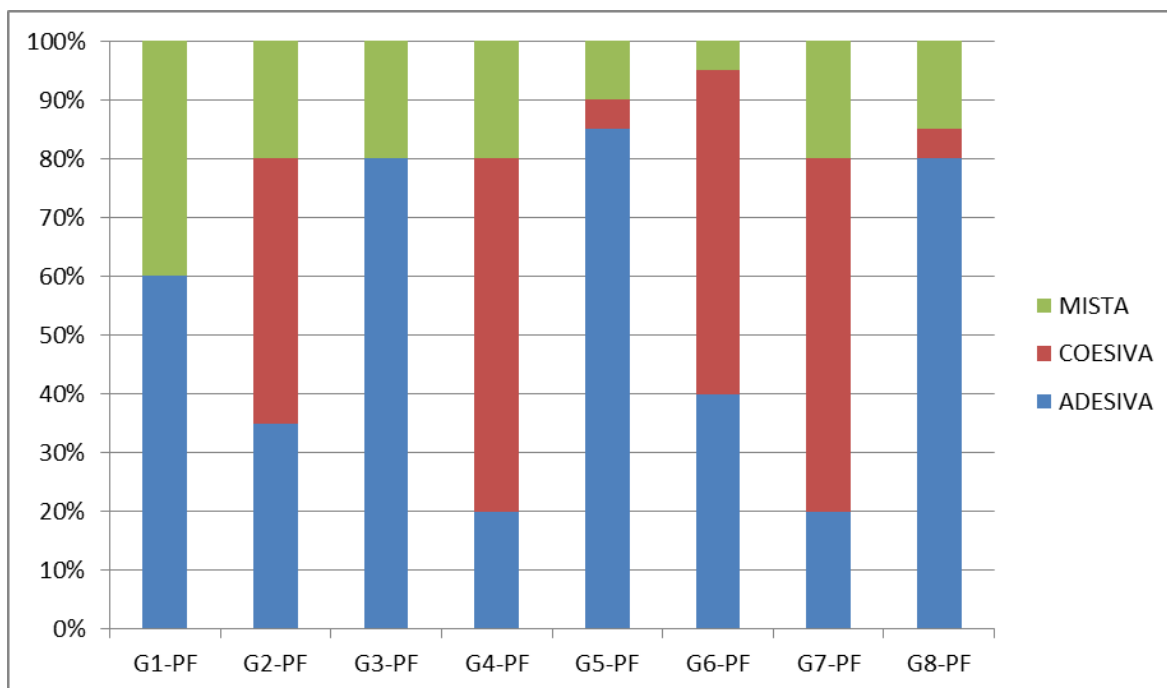
**Gráfico 2.** Análise descritiva dos padrões de fratura em (%) dos grupos RelyX ARC armazenados durante 6 meses (B).



Os gráficos 3 e 4 apresentam o padrão de fratura obtido para o cimento Panavia F, sendo que todos apresentaram, além do padrão de fratura do tipo adesivo, fraturas coesiva e mista, com exceção do grupo controle (G1-PF) em 24h e 6 meses e G3-PF após 6 meses que não apresentaram fratura do tipo coesiva.



**Gráfico 3.** Análise descritiva dos padrões de fratura em (%) dos grupos Panavia F 24hs.



**Gráfico 4.** Análise descritiva dos padrões de fratura em (%) dos grupos Panavia F armazenados durante 6 meses (B).

As Figuras 7 e 8 mostram imagens representativas do tipo de falha ocorrida na interface de união.



**Figura 7.** Imagens ilustrativas da interface de união fraturada nos grupos cimentados com RelyX ARC: (A) espécime com falha adesiva; (B) falha coesiva; (C) falha mista.

A Figura 7 contém imagens representativas do cimento RelyX ARC: fratura do tipo adesiva (rompimento da interface cimento-cerâmica), coesiva (no cimento) e fratura mista, respectivamente.



**Figura 8.** Imagens ilustrativas da interface de união fraturada nos grupos cimentados com Panavia F: (A) espécime com falha adesiva; (B) falha coesiva; (C) falha mista.

A Figura 8 apresenta imagens representativas do cimento Panavia F: fratura do tipo adesiva (rompimento da interface cimento-cerâmica), coesiva (no cimento) e fratura mista, respectivamente.

## 6. DISCUSSÃO

Sabe-se que é importante para adequada retenção, prevenção da microinfiltração e elevada resistência à fadiga/fratura que técnicas adesivas sejam aperfeiçoadas para cerâmicas à base de zircônia (Thompson et al., 2011). Por este motivo, modificações químicas e mecânicas da superfície de próteses fixas são métodos bem documentados, tendo em vista o estabelecimento de adesão confiável entre o componente protético cerâmico e o cimento resinoso (Atsu et al., 2006; Amaral et al., 2006; Torres et al., 2009; Blatz et al., 2010; Thompson et al., 2011; Eduardo et al., 2012; Erdem et al., 2014). Em se tratando da zircônia, devido às suas propriedades físicas e estruturais, o desenvolvimento de métodos mais eficientes de condicionamento de superfície pode resultar não apenas em melhorias para a adesão, como também no aumento da resistência do material. (Luthardt et al., 2002).

Com o intuito de verificar as modificações topográficas da zircônia submetida à irradiação e após sinterização, uma vez que substratos jateados e silicatizados (Kara et al., 2011; Subasi, İnan 2012) comprovadamente apresentam superfícies com irregularidades propícias para o bom molhamento do agente de união, fez-se a análise quantitativa e qualitativa da rugosidade superficial. De fato, observou-se a partir do parâmetro de rugosidade Ra que a irradiação da zircônia com o laser de Er,Cr: YSGG foi capaz de asperizar superficialmente a cerâmica antes da cimentação, tornando-a mais rugosa do que o substrato não-irradiado. As imagens registradas através da microscopia confocal mostram claramente as alterações provocadas pela irradiação, confirmando, desse modo, os valores de Ra obtidos. O mesmo resultado foi encontrado por Subasi e İnan (2012) ao utilizarem o laser de Er:YAG, sendo que os autores realizaram análises, por meio do microscópio de força atômica e microscópio eletrônico de varredura, das imagens das amostras irradiadas e não-irradiadas (controle) e verificaram que ambas apresentavam características similares, revelando perfis mais suaves porém com raros picos nos substratos submetidos ao laser. Kara et al. (2011)

Na literatura, é possível observar divergências quanto a condicionar a superfície cerâmica antes ou após o processo de sinterização. Alguns trabalhos têm demonstrado resultados promissores para o tratamento de superfície da

cerâmica prévio à sinterização da Y-TZP (Monaco et al., 2011; Moon et al., 2011; Silva, 2011). De acordo com outros estudos, quando o Er:YAG foi utilizado para o tratamento da superfície de zircônia odontológica pós-sinterização (Akyil et al., 2010; Silva, 2011; Gomes et al., 2013; Erdem et al., 2014), apresentou resultados de adesão melhorados (Eduardo et al., 2012) ou não, (Gomes et al., 2013; Erdem et al., 2014). Entretanto, neste estudo optou-se por inicialmente irradiar as amostras dos grupos G7 e G8, uma vez que após a sinterização a cerâmica sofre contração em torno de 20%, o que reduz a área de superfície tratada e compromete a adesão aos cimentos resinosos (Moon et al., 2011). Enquanto que a aplicação do sistema Rocatec e o jateamento com  $Al_2O_3$  foram realizados após a sinterização final dos corpos-de-prova, pois foi relatado por Silva (2011) que o jateamento da cerâmica pré-sinterizada causa grande perda estrutural, incompatível com a utilização clínica.

Foxton et al. (2011) relataram o uso de Er:YAG com 200 mJ pós-sinterização e observaram uma aparência rugosa e danificada, particularmente incluindo “trincas” na zircônia, com áreas escuras sendo provavelmente indicativas de locais onde ocorreu “derretimento”, após a aplicação do laser. O consequente aumento da área de superfície ofereceria um potencial para melhorar a adesão, mas isso não foi suportado pelos resultados de resistência de união. A ampliação desta área pode ter sido comprometida pelas regiões alteradas, que pareceram menos rugosas do que as superfícies do controle. A aplicação do laser de Er: YAG sobre a superfície de zircônia pode não ser o tratamento de superfície apropriado para a obtenção de uma adesão durável do cimento à cerâmica. Por outro lado, sinais de fusão e solidificação foram reportados por Gomes et al. (2013) sem a presença de “rachaduras” e sem melhoria nos valores de resistência de união. Todavia, a alteração de rugosidade foi relatada como um possível fator para aumentar os valores de resistência de união.

A despeito dos tratamentos de superfície avaliados neste trabalho, embora com limitações pertinentes à metodologia, foi possível observar dentre outros aspectos que quando se utilizou apenas o *primer* (grupo G2) houve interação química mesmo não tendo sido a superfície cerâmica condicionada previamente. Isto foi comprovado pelo aumento ou manutenção dos valores de resistência de união após 6 meses para ambos os agentes cimentantes. Thompson et al. (2011) alegaram que o uso de *primers* ácidos ou cimentos resinosos modificados por

fosfato apresentam união do tipo silano, porém os valores de resistência de união relatados na literatura mostram-se inferiores aos do tratamento com deposição de sílica associado ao uso de silano e cimento resinoso. Os resultados do presente estudo confirmaram estes dados, sendo que para o RelyX ARC a média da resistência de união no grupo silicatizado mais *primer* (G4-RX) foi maior em relação aos demais grupos, inclusive ao controle (G1-RX) e ao que recebeu apenas o *primer* (G2-RX), independentemente do tempo de avaliação. Para o Panavia F, o tratamento físico-químico ou apenas o jateamento com óxido de alumínio também promoveram valores superiores quando em comparação às amostras do grupo G2-PF. Contrariamente a De Souza et al. (2011) que afirmaram não haver necessidade de tratamento mecânico na zircônia quando se utiliza *primer* com MDP, conforme o sistema de cimentação utilizado, neste trabalho foi observada a importância da associação tratamento de superfície - *primer* na resistência de união para ambos os cimentos resinosos. Conforme Kern e Wegner (1998) destacaram, as irregularidades na superfície cerâmica são desejáveis para que o *primer*, silano ou cimento resinoso possam preencher os pequenos espaços e estar em íntimo contato com os óxidos da zircônia, possibilitando a união química e o embricamento micromecânico que irão fortalecer a adesão.

Os métodos de deposição de sílica (G3-RX) e deposição de sílica mais *primer* (G4-RX) proporcionaram altos valores de resistência de união para o RelyX ARC, principalmente o G4-RX que foi superior, do ponto de vista estatístico, em relação aos demais grupos. Possivelmente, isto ocorreu por causa do componente silano presente no *primer* (RelyX Ceramic Primer) que foi capaz de se unir tanto aos grupos metacrilatos do cimento resinoso quanto às partículas de sílica recém-depositadas sobre a superfície da zircônia, formando uma adesão mais forte e estável (Plueddemann, 1970; Valandro et al., 2008). Mesmo na ausência do *primer*, as irregularidades criadas pela deposição da camada de sílica sobre a zircônia e a molhabilidade do cimento possibilitaram o preenchimento pelo RelyX ARC e conseqüentemente, após a polimerização, o embricamento micromecânico (Subasi; İnan, 2012). Por outro lado, a deposição de sílica seguida da aplicação do *primer* para o Panavia F (G4-PF) foi melhor do que apenas realizar a técnica de deposição de sílica (G3-PF), pelas mesmas razões apresentadas anteriormente em relação ao RelyX ARC. Entretanto, a pouca molhabilidade do cimento, mesmo contendo monômeros MDP, pode ter sido responsável pelos valores de resistência de união

mais baixos no grupo apenas silicatizado (G3-PF). Dessa maneira, houve concordância com os trabalhos laboratoriais de Palacios et al. (2006) e Senyilmaz et al. (2007) que encontraram dados de resistência de união de cimentos sem MDP (RelyX ARC) comparáveis aos de cimentos contendo o monômero (Panavia F).

Della Bona et al. (2007a), ao utilizarem o sistema In-Ceram Zircônia avaliaram a hipótese de que o sistema de deposição de sílica (Cojet, 3M ESPE) produz valores maiores de resistência de união do que os demais tratamentos de superfície utilizados (ácido hidrófluorídrico a 9,5%; jateamento com óxido de alumínio, 25  $\mu\text{m}$ ). Após os testes mecânicos (cisalhamento e tração) e análise estatística, a hipótese inicial foi confirmada. Em continuidade ao trabalho anterior, Della Bona et al. (2007b) analisaram a estrutura topográfica da cerâmica In-Ceram Zircônia e observaram que a rugosidade superficial é maior quando se utiliza a deposição de sílica ou jateamento com óxido de alumínio do que quando realizado polimento somente ou condicionamento com ácido fluorídrico.

Teoricamente, o jateamento com partículas de óxido de alumínio poderia aumentar a força de adesão, pelo aumento da microporosidade (Amaral et al., 2006; Wolfard et al., 2007; Foxton et al., 2011) e pela disponibilidade de mais grupos hidroxila na superfície da cerâmica para reagir com os grupos silanol do silano (Amaral et al., 2006). Então, as moléculas do silano poderiam se aderir de forma química aos grupos metacrilatos do agente de união. Cavalcanti et al. (2009) compreenderam que jateamento com partículas de óxido de alumínio (silanizadas ou não) constitui o tratamento de superfície mais frequentemente indicado para melhorar a adesão entre os cimentos resinosos à Y-TZP. Para o RelyX ARC, os grupos apenas jateados (G5-RX) não tiveram os resultados esperados apesar do aumento da resistência de união após 6 meses. Quando o primer foi aplicado após o jateamento (G6-RX), houve uma considerável melhora com diferença estatisticamente significativa, revelando a necessidade de um agente químico além do condicionamento de superfície para favorecer a adesão. No que se refere ao Panavia F, estatisticamente, ambos os grupos, G5-PF e G6-PF, foram similares entre si e em relação ao G4-PF, reunindo os maiores valores de resistência de união dentro dos protocolos de tratamento de superfície para o cimento.

Aboushelib et al. (2008) afirmaram que cerâmicas como a zircônia ou alumina exibem óxidos na superfície de adesão os quais se unem aos monômeros fosfato (MDP) presentes nos *primers* ou cimentos resinosos, promovendo a adesão

destes com a cerâmica. Wolfart et al. (2007) estudaram o efeito do jateamento com o óxido de alumínio e o tipo de cimento resinoso (contendo ou não, MDP) e demonstraram, que os maiores valores de resistência de união foram obtidos após jateamento e cimentação com cimento à base de MDP, o que se confirmou em parte no presente estudo, pois não foi objetivo tecer comparações entre os dois agentes cimentantes. Amaral et al. (2006), em análise imediata, também mostraram que para o cimento Panavia F o jateamento com óxido de alumínio contendo ou não sílica resulta em semelhantes valores de resistência de união. Desse modo, a associação de sistemas para deposição de sílica e cimento com MDP tem sido mostrada como mais benéfica do que o uso dos cimentos com MDP somente (Atsu et al., 2006; Amaral et al., 2006) pelo fato de que a superfície mais áspera criada pelo jateamento torna-se também propícia à adesão mediada pelo silano, o qual amplia a energia de superfície e é capaz de se unir quimicamente à mesma (Atsu et al., 2006).

Em se tratando dos grupos submetidos à irradiação com o laser de Er,Cr:YSGG, para os dois cimentos, houve o mesmo comportamento. Quando apenas o laser foi utilizado (G7-RX e G7-PF), os valores de resistência de união figuraram entre os mais baixos. Provavelmente, as alterações superficiais na zircônia promovidas pela irradiação podem ter dificultado o molhamento e por consequência, a retenção dos cimentos. Todavia, a aplicação do *primer* proporcionou melhora na força adesiva para o RelyX ARC nos dois tempos de avaliação (G8-RX). O Panavia F, por sua vez, teve sua resistência de união reduzida após 6 meses. Cavalcanti et al. (2009) verificaram que o uso do laser ou jateamento resultou em maior resistência de união com o cimento à base de Bis-GMA do que com o cimento à base de MDP. No presente trabalho, o RelyX ARC apresentou maiores valores de resistência de união, quando a zircônia foi irradiada e recebeu aplicação do *primer* (G8-RX) em relação ao grupo que foi submetido apenas à irradiação (G7-RX).

Ao analisar o fator tempo, alguns trabalhos demonstraram redução nos valores de resistência de união de cimentos resinosos, como o RelyX Unicem e o RelyX ARC, à zircônia após 150 dias (De Souza et al., 2011) e 1 ano (Sá Barbosa et al., 2012), enquanto que os resultados deste estudo apontaram para o aumento da resistência de união após 6 meses, independentemente do agente cimentante aplicado. A degradação da interface adesiva parece ser um fenômeno dependente

do tipo de cimento resinoso utilizado no que se refere à sua estabilidade química. Autores defendem que a melhor adesão à zircônia pode ser obtida com cimentos contendo monômeros ester fosfato (Kern, Wegner 1998; Atsu et al., 2006; Yoshida et al., 2006; Blatz et al., 2010).

No presente trabalho, os cilindros de cimento resinoso apresentaram falhas pré-teste durante o período de armazenagem ou previamente ao teste de microcisalhamento e estão dispostos nas Tabelas 4 e 5. Tais falhas foram classificadas como falhas adesivas. Este é um dado importante ao qual poucos trabalhos têm analisado (Sá Barbosa et al., 2012; Jevnikar et al., 2010). Em relação às falhas resultantes dos testes de microcisalhamento, o padrão de fratura do tipo adesivo foi predominante na maioria dos grupos avaliados, corroborando com a literatura consultada (Valandro et al., 2008; Akin et al., 2011; Sá Barbosa et al., 2012).

Embora as pesquisas analisem de forma fragmentada distintos materiais que compõem a interface de união ou mesmo as técnicas de condicionamento, é prudente considerar todos os aspectos envolvidos durante a cimentação adesiva. O que se observou neste trabalho, mesmo com limitações, foi a importância da associação de condicionamentos químicos e mecânicos para uma adesão mais estável entre a cerâmica e o cimento resinoso. Todavia, ainda se faz necessário compreender melhor as particularidades da zircônia e sua interação com outros substratos a fim de tratar adequadamente este substrato cerâmico.

Portanto, a literatura a respeito dos tratamentos de superfície para adesão de cerâmicas Y-TZP mostra que protocolos com melhor previsibilidade e durabilidade ainda não estão totalmente estabelecidos. Por esta razão, é pertinente avaliar outras associações de técnicas e procedimentos de adesão às zircônias que promovam uma interface mais efetiva e duradoura em cerâmicas ácido-resistentes por meio de estudos laboratoriais e clínicos.



## 7. CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo, foi possível concluir que:

1. O tratamento com laser de Er,Cr:YSGG antes da sinterização promoveu aumento na rugosidade superficial da Y-TZP porém, não foi suficiente para aumentar a resistência de união entre a Y-TZP e os cimentos resinosos avaliados.
2. A deposição de sílica seguida da aplicação do *primer* proporcionou os mais altos valores de resistência de união imediata entre os cimentos resinosos avaliados e a Y-TZP. Para o Panavia F, o jateamento com óxido de alumínio, seguido ou não da aplicação do *primer*, apresentou aumentados valores de resistência de união.
3. A aplicação do *primer* proporcionou aumento de resistência de união entre o RelyX ARC e a Y-TZP para todos os tratamentos de superfície avaliados.
4. O tempo de armazenamento não afetou os valores de resistência de união de forma negativa para ambos os cimentos avaliados e apresentou uma influência positiva para o Rely X ARC.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent* 2007; 98(5):379-388.

Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater* 2008; 24(9):1268-1272.

Aboushelib MN. Evaluation of zircônia/resin bond strength and interface quality using a new technique. *J Adhes Dent* 2011; 13(3):255-260.

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; 29(12):797-802.

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; 27(2):333-338.

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; 28(6):801-808.

Amaral R, Özcan M, Valandro LF, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zircônia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006; 22(3):283-290.

Anusavice K.J. Cerâmicas Odontológicas. In: ANUSAVICE, KJ. Phillip's: Materiais Dentários. 11ª Edição. Rio de Janeiro: Elsevier 2005. Cap 12, p.619-672.

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka OS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006; 95:430-436.

Attia A, Kern M. Effect of cleaning methods after reduced-pressure air abrasion on bonding to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2011; 13(6):561-567.

Azimian F, Klosa K, Kern M. Evaluation of a new universal primer for ceramics and alloys. *J Adhes Dent* 2012; 14: 275-282.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003; 89(3):268-274.

Blatz MB. Cementation of zirconium-oxide ceramic restorations. *Pract Proced Aesthet Dent* 2004;16(1):14.

Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, Sadan A. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Invest* 2010; 14:187-192.

Borba M, de Araujo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JAI. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater* 2011; 27(7):710-721.

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005; 18(1):60-65.

Bottino MC, Ozcan M, Coelho PG, Valandro LF, Bressiani JC, Bressiani AH. Micro-morphological changes prior to adhesive bonding: high-alumina and glassy-matrix ceramics. *Braz Oral Res* 2008; 22(2):158-163.

Casucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F, Ferrari M. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater* 2011; 27:1024-1030.

Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent* 2009a; 34(3):280-287.

Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Photomed Laser Surg* 2009b. 27(3):473-479.

Coluzzi DJ. Fundamentals of dental lasers: science and instruments. *Dent Clin North Am.* 2004 Oct;48(4):751-70.

Cura C, Ozcan M, Isik G, Saracoglu A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. *J Adhes Dent* 2012; 14(1):75-82.

Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent* 2006; 34:195-206.

De Souza GMD, Silva NRFA, Paulillo LAMS, 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; 93(2):318-323.

De Souza GMD, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent* 2011; 105:296-303.

Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz. Oral Res* 2007a; 21(1):10-15.

Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater* 2007b; 23(6):769- 775.

Demir N, Subasi MG, Ozturk AN. Surface roughness and morphologic changes of zirconia following different surface treatments. *Photomed Laser Surg* 2012; 30(6): 339-345.

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

Derand T, Molin M, Kleven E, Haag P, Karlsson S. Bond strength of luting materials to ceramic crowns after different surface treatments. *Eur J Prosthodont Rest Dent* 2008; 16(1):35-38.

Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Hasselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81(2):135-141.

Eduardo CP, Bello-Silva MS, Moretto SG, Cesar PF, Freitas PM. Microtensile bond strength of composite resin to glass-infiltrated alumina composite conditioned with Er,Cr:YSGG laser. *Lasers Med Sci* 2012; 27(1):7-14.

Erdem A, Akar GC, Erdem A, Kos T. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. *Oper Dent* 2014; 39(2):1-10.

Fonseca RG, de Almeida JG, Haneda IG, Adabo GL. Effect of metal primers on bond strength of resin cements to base metals. *J Prosthet Dent* 2009; 101:262-268.

Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, Watson TF.. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont* 2011; 20:84-92.

Gomes AL, Ramos JC, Santos-Del Riego S, Montero J, Albaladejo A. Thermocycling effect on microshear bond strength to zirconia ceramic using Er:YAG and tribochemical silica coating as surface conditioning. *Lasers Med Sci* 2015 Feb;30(2):787-95

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomater* 2004; 25(20):5045-5052.

Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceram Soc* 2000; 83:461-487.

Hummel M, Kern M. Durability of the resin bond strength of the alumina ceramic Procera. *Dent Mater* 2004; 20:498-508.

Jevnikar P, Krnel K, Kocjan A, Funduk N, Kosmac T. The effect of nano-structured alumina coating on resin-bond strength to zirconia ceramics. *Dent Mater* 2010; 26:688-696.

Kara HB, Ozturk AN, Aykent F, Koc O, Ozturk B. The effect of different surface treatments on roughness and bond strength in low fusing ceramics. *Lasers Med Sci* 2011; 26(5):599-604

Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mat* 2008; 24:289-298.

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

Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent* 2005; 94:357-362.

Kim J-W, Covel NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of Hydrothermal Degradation in CAD/ CAM Zirconia. *J Dent Res* 2010; 89(1):91-95.

Kirmali O, Akin H, Kapdan A. Evaluation of the surface roughness of zirconia ceramics after different surface treatments. *Acta Odontol Scand* 2014; 72(6):432-439.

Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2010; 26(5):426-432.

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; 53:304-313.

Lin Y, Song X, Chen Y, Zhu Q, Zhang W. Effect of Er:YAG laser irradiation on bonding property of zirconia ceramics to resin cement. *Photomed Laser Surg* 2013; 31(12):619-625.

Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP zirconia ceramics. *J Dent Res* 2002; 81:487-491.

Magne P, Paranhos MPG, Burnett JR. New zircônia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater* 2010; 26(4):345-352.

Miranda PV, Rodrigues JA, Blay A, Shibli JA, Cassoni A. Surface alterations of zirconia and titanium substrates after Er,Cr:YSGG irradiation. *Lasers Med Sci* 2015; 30(1):43-48.

Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. *J Prosthodont* 2011; 20(2):97-100.

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; 27(7):651-663.

Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S. Surface damages of zirconia by Nd:YAG dental laser irradiation. *Dent Mat J* 2010; 29(5):536–541.

Ozcan M, Cura C, Valandro LF. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. *Odontology* 2011; 99(1):62-67.

Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003; 19(8):725-731.

Ozkurt Z, Kazazoglu E. Clinical success of zirconia in dental applications. *J Prosthodont* 2010; 19:64-68.

Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *J Prosthet Dent* 2006; 96:104-114.

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; 42(1):79-89.

Piasecik JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dent Mater* 2011; 27:99-105.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomater* 1999; 20:1-25.

Plueddemann EP. Adhesion through silane coupling agents. *J Adhes* 1970; 2:184-201.

Qeblawi MD, Monõz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J. Prosthet. Dent* 2010; 103(4):210-220.

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; 3(2):186-196.

Román-Rodríguez JL, Roig-Vanaclocha A, Fons-Font A, Granell-Ruiz M, Solá-Ruiz MF, Amigó-Borrás V, Busquets-Mataix D, Vicente-Escuder A. In vitro experimental study of bonding between aluminium oxide ceramics and resin cements. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2010; 15(1):95-100.

Sadan A, Blatz MB, Lang B. Clinical considerations for densely sintered alumina and zirconia restorations: part 2. *Int J Perio Rest Dent* 2005a; 25:343-349.

Sadan A, Blatz MB, Lang B. Clinical considerations for densely sintered alumina and zirconia restorations: part 1. *Int J Perio Rest Dent* 2005b; 25:213-219.

Sá Barbosa WF de, Aguiar TR, Di Francescantonio M, Cavalcanti AN, Oliveira MT de, Giannini M. Effect of water storage on bond strength of self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic. *J Adhes Dent* 2012;14:1-6.

Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall AC, Burke FJ. The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium-based ceramic. *Oper Dent* 2007; 32:623-630.

Shimaoka AM, De Andrade AP, Cardoso MV, De Carvalho RC. The importance of adhesive area delimitation in a microshear bond strength experimental design. *J Adhes Dent*. 2011;13(4):307-314.

Silva, Amanda Verna. **Avaliação do efeito de diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização.** 2011. Dissertação (Mestrado em Dentística) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

Subasi MG, Inan Ö. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. *Lasers Med Sci* 2012 July; 27(4):735-742.

Thompson, Van P; Rekow, DE. Dental ceramics and the molar crown testing ground. *J. Appl. Oral Sci* 2004; 12 (spec):26-36.

Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion / cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater* 2011; 27:71-82.

Torres SMP, Borges GA, Spohr AM, Cury AADB, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the microshear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic system. *Oper Dent* 2009; 34(4):399-407.

Turkmen C, Sazak H, Gunday M. Effects of the Nd:YAG laser, air-abrasion, and acid-etchant on filling materials. *J Oral Rehabil*. 2006 Jan;33(1):64-9.

Ural C, Kulunk T, Kulunk S, Kurt M. The effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and resin cement. *Acta Odontol Scand* 2010; 68(6):354-359.



Valandro LF, Özcan 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; 27(6):849-855.

Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000; 2:139-147.

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; 23(1):45-50.

Xie H, Chen C, Dai W, Chen G, Zhang F. In vitro short-term bonding performance of zirconia treated with hot acid etching and primer conditioning. *Dent Mat J* 2013; 32(6): 928–938.

Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006; 77:28-33.

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; 26(7): 650-658.