



CURSO DE DOUTORADO EM ODONTOLOGIA

PEDRO HENRIQUE CABRAL OLIVEIRA

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO DE
CERÂMICA BASEADA EM VIDRO E ZIRCÔNIA APÓS
IRRADIAÇÃO COM LASER DE Er,Cr:YSGG ASSOCIADO
OU NÃO AO USO DE *LINER***

Guarulhos

2016

PEDRO HENRIQUE CABRAL OLIVEIRA

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO DE
CERÂMICA BASEADA EM VIDRO E ZIRCÔNIA APÓS
IRRADIAÇÃO COM Er,Cr:YSGG LASER ASSOCIADO OU
NÃO AO USO DE *LINER***

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

Co-Orientador: Jean-François Roulet

Guarulhos

2016

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Bibliotecas Fernando Gay da Fonseca

O48r

Oliveira, Pedro Henrique Cabral

Resistência de união ao microcisalhamento de cerâmica baseada em vidro e zircônia após irradiação com laser de er,cr:ysgg associado ou não ao uso de *liner*. / Pedro Henrique Cabral Oliveira. -- 2016.

43 f.; 31 cm.

Orientadora: Prof^a. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira

Tese (Doutorado em Odontologia) – Centro de Pós-Graduação e Pesquisa e Extensão, Universidade Guarulhos, Guarulhos, SP, 2016.

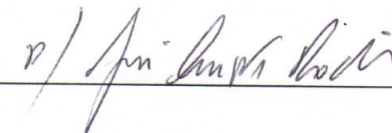
1. Porcelana odontológica, 2. Zircônia 3. Tratamento de superfície. 4. Resistência de união 5. Laser I. Título II. Ferreira, Alessandra Cassoni (Orientadora). III. Universidade Guarulhos

CDD. 617.6

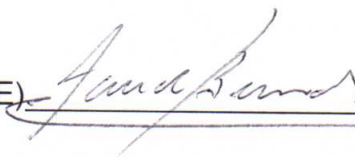
A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, intitulada "RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO DE CERÂMICA BASEADA EM VIDRO E ZIRCÔNIA APÓS IRRADIAÇÃO COM LASER DE ER,CR:YSGG ASSOCIADO OU NÃO AO USO DE LINER" em sessão pública realizada em 21 de dezembro de 2016 considerou o candidato Pedro Henrique Cabral Oliveira aprovado.

COMISSÃO EXAMINADORA:

1. Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira (UNG)



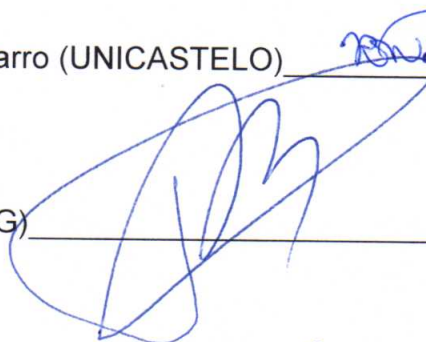
2. Profa. Dra. Sandra Kalil Bussadori (UNINOVE)



3. Prof. Dr. Ricardo Scarparo Navarro (UNICASTELO)



4. Prof. Dr. Jamil Awad Shibli (UNG)



5. Profa. Dra. Marina Guimarães Roscoe (UNG)



Guarulhos, 21 de dezembro de 2016.

Dedico essa Tese de Doutorado,

**À minha família,
pelo apoio incondicional,
pela formação sólida e
digna, que me
proporcionou a
continuidade nos estudos
até a chegada a este
Doutorado, por todo amor
e paciência meus eternos
agradecimentos.
A minha mãe **Márcia
Regina Cabral
Oliveira**, meu porto
seguro, minha luz.
Obrigado por me apoiar e
compreender as minhas
escolhas na vida e pelo
imenso amor**

Agradecimentos Especiais

Agradeço primeiramente a Deus, pois sem ele eu não teria traçado o meu caminho e feito a minha escolha na Odontologia.

A meu Pai **Luiz Antônio Silva Oliveira** e meu irmão **Luiz Henrique Cabral Oliveira** pela amizade, paciência e companheirismo em todos esses anos, pelos seus inúmeros auxílios que sempre me deram, pelos conselhos e pelo estímulo.

Não terei como agradecer meus avós **Pedro Ilário Cabral** e **Maria José Silva Cabral** por todo amor e dedicação que deram durante toda a vida, pelos conselhos, carinho e pelos cafés feitos especialmente para mim. Amo vocês!

Aos meus queridos amigos **Fernanda Sampaio Ramiro**, **Tiago Dias Tamires Szeremeske de Miranda**, **Daiana Hernandes**, **Marcelo Arsa da Cunha**, **Camila Ariole** e **Roberto César do Amaral**, pelas oportunidades, manifestações de companheirismo, encorajamento e cumplicidade. Nunca teria conseguido sem vocês. A todos, o meu profundo agradecimento.

Ao meu orientador na Universidade da Flórida, **Professor Dr. Jean- François Roulet**. Obrigado por todos os conhecimentos e experiência que foram transmitidos isso fará de mim um melhor professor, um melhor pesquisador e uma pessoa melhor. Tenho orgulho muito grande de poder ter convivido e ter tido a oportunidade de receber as orientações de tão renomado professor.

Ao departamento de Dentística Operatória e Prótese da **Universidade da Flórida**, por ter permitido que parte de meu Doutorado fosse realizado em seus laboratórios. A Ivoclar/Vivadent por ceder materiais utilizados nesta tese.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior (CAPES) pela concessão de uma bolsa de estudos para a realização do doutorado na modalidade sanduíche na Universidade da Flórida (Estados Unidos da América).

À Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP- 2012/014839-0 e 2016/1768-1) pelo apoio financeiro a esta pesquisa.

A minha orientadora, **Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira** pelos ensinamentos científicos e pessoais compartilhados. Acima de tudo, eternamente grato pela paciência, dedicação e pelas oportunidades ao longo destes anos. Minha gratidão e admiração profissional e pessoal à senhora, só aumentou depois destes

anos de convivência. Obrigado pela confiança em meu trabalho e por abrir portas importantes para mim. Tenho muito orgulho de ter sido seu orientado, sou muito privilegiado em poder trabalhar contigo e de considerá-la como grande amiga. Além de uma excelente professora, um exemplo de pessoa que levarei em meu coração por toda eternidade.

Ao meu co-orientador, “GUTO”, **Prof. Dr. José Augusto Rodrigues**. Não saberia usar as palavras para agradecer por todas as oportunidades e possibilidades que você me proporcionou. Serei eternamente grato por todos os ensinamentos e pela valiosa contribuição no meu crescimento pessoal e profissional. Obrigado pelas broncas, conselhos, pelos momentos que passamos juntos. Jamais terei como agradecer os caminhos que buscou para que eu conseguisse terminar essa etapa da minha vida. Obrigado por abrir as portas na Universidade da Flórida para que eu pudesse fazer parte do meu doutorado. Obrigado professor, por toda amizade e ajuda, você realmente foi a pessoa em que eu mais confiei durante toda essa jornada, realmente iluminou meu caminho. Conte sempre com minha gratidão, amizade e confiança.

Ao meu grande amigo **Prof. Dr. Jamil Awad Shibli**, por toda confiança e toda ajuda nesses anos todos. Foi meu exemplo como pessoa, como professor, como clínico e amigo. Serei eternamente grato por tudo que fez por mim. Almejo ser um dia parecido com o que você é. Professor, você é realmente importante para mim. Obrigado!

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**. Grande professor e pesquisador uma pessoa iluminada. Ao longo deste longo ano em que convivemos juntos fora do país, na Universidade da Flórida, não tenho como agradecer por toda amizade, por toda ajuda, e por me ensinar com ética e sabedoria. O senhor me ensinou a ensinar e auxiliar sempre com humildade e paciência. Obrigado pela ajuda a desenvolver a nova metodologia e pelas oportunidades em desenvolvermos outras pesquisas. Obrigado iluminar este tempo longe de casa, por tornar a vida em Gainesville muito mais alegre. Obrigado pelos passeios aos fins de semana, por abrir as portas de seu lar e por permitir convívio família. Uma certeza eu tenho, ganhei um amigo e uma família que amo muito.

Obrigado todos que cruzaram meu caminho e me acolheram em Gainesville. Levarei todos vocês com muito amor por toda a eternidade. A minha singela

caminhada pelos Estados Unidos para realizar este trabalho foi um tempo de grandes desafios e a vida com todos vocês tornou este período muito mais feliz. Obrigado a minha grande amiga **Danieli Silami**, meu amigo e parceiro **Sergio Vicente**, toda família **Sinhoreti**, **Ériquinha**, **Pedrinho e Júlinha**, família **Geraldeli**, **Prof. Dr. Saulo Geraldeli**, **Gi**, **Júlia e Laura**, aos amigos da UF: **Profa. Dra. Patrícia Pereira**, **Profa. Dra. Marcelle Nascimento**, **Profa. Dra. Maggie Silva**, **Alyson Barret e Nader**.

Agradecimentos

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

À Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira, pela orientação, incentivo e paciência.

Aos demais membros da equipe docente do Programa de Doutorado da UnG, professores, Prof. Dr. Marcelo de Faveri, Profa. Dra. Marta Ferreira Bastos, Profa. Dra. Poliana Mendes Duarte, Prof. Dr. André Figueiredo Reis, Profa. Dra. Gabriela Giro, Profa. Dra. Marina Guimarães Roscoe e Prof. Dr. Bruno Bueno Silva pela atenção e pelos ensinamentos compartilhados.

A todos que de forma direta ou indiretamente me auxiliaram nessa caminhada um carinhoso abraço!

*“Desistir... eu já pensei seriamente nisso, mas nunca me levei realmente a sério;
é que tem mais chão nos meus olhos do que o cansaço nas minhas pernas, mais
esperança nos meus passos, do que tristeza nos meus ombros, mais estrada no
meu coração do que medo na minha cabeça. “*

CORA CORALINA

RESUMO

O objetivo do trabalho foi avaliar a resistência de união da interface cerâmica zircônia Y-TZP -cerâmica de cobertura tratada com *liner* ou irradiação com laser de Er,Cr:YSGG após envelhecimento. Foram preparadas 20 barras (10x6x4 mm³) de zircônia para cada grupo, divididas aleatoriamente em 6 grupos conforme o tratamento de superfície, totalizando 120 barras de zircônia (IPS e.max.ZirCAD, Ivoclar Vivadent) utilizadas para o processamento de infraestrutura do sistema CAD-CAM (*computer-aided design and computer-aided design manufacturing*). As barras foram sinterizadas e submetidas a aplicação de *liner* (HeraCeram, Heraus Kulzer ou ZirLiner, Ivoclar Vivadent) e/ou irradiação com laser de Er,Cr:YSGG (iPlus, Waterlase: 3W; 20Hz; 53,57 J/cm²) de acordo com os grupos: G1 - sem tratamento (controle); G2 – Liner HeraCeram; G3 - Liner ZirLiner; G4 - Laser de Er,Cr:YSGG; G5 - Laser de Er,Cr:YSGG + Liner HeraCeram; G6 - Laser de Er,Cr:YSGG + Liner ZirLiner. As amostras de zircônia foram aderidas à cerâmica de cobertura (IPS e.max ZirPres, Ivoclar Vivadent) por meio da injeção pela técnica da cera perdida com um conduto cilíndrico de 0,8 mm de diâmetro (Wax Shapes Kerr -USA), sendo que cada barra de zircônia recebeu três condutos cilíndricos aderidos. As amostras foram submetidas à ciclagem térmica (100.000 ciclos). As amostras foram avaliadas por meio do teste de microcisalhamento (uSBS) com velocidade de 1 mm/min. O modo de fratura foi avaliado com aumento de 50x, e os aspectos morfológicos dos espécimes mais significativos das amostras foram analisados através de microscopia eletrônica de varredura. Os valores de microcisalhamento foram submetidos ao teste de normalidade de Levene. A análise estatística dos valores obtidos foi realizada por *two-way* ANOVA e teste de Tukey (= 0,05), o padrão de fratura e as características de superfície foram expressos por análise descritiva. Houve interação entre os fatores “Irradiação” e “Liner” (p<0,05). Média da uSB, em MPa foram: G1-12,1(4,1)^{Ab}; G2-14,4 (5,5)^B; G3-9,7 (2,4)^{Ab}; G4-18,2 (5,2)^{Ba}; G5-26,7 (17,6)^{Aa}; G6-21,0 (6,0)^{Ba}. O tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG, previamente à injeção aumentou a resistência de união entre a zircônia Y-TZP e a cerâmica de cobertura nas amostras irradiadas. O uso do liner ZirLiner associado ao laser de Er,Cr:YSGG proporcionou maiores valores de resistência de união. O uso isolado dos liners não alterou a resistência de união entre zircônia Y-TZP e a cerâmica de cobertura.

PALAVRAS-CHAVES: Porcelana odontológica. Zircônia. Tratamento de superfície. Resistência de união. Laser.

ABSTRACT

The objective of the present study was to evaluate the bond strength of zirconia-feldspathic ceramic with liner application or Er,Cr:YSGG laser irradiation after aging. Twenty zirconia bars (10x6x4 mm³) to each group according to the surface treatment were prepared, sintered and divided randomly in six groups according to surface treatment, a total of 120 zirconia bars (IPS emax.ZirCAD, Ivoclar Vivadent) that are used to infrastructure of CAD-CAM system (*computer-aided design and computer-aided design manufacturing*), the bars were sintered and submitted to liner application (HeraCeram, Heraus Kulzer or ZirLiner, Ivoclar Vivadent) and/or Er,Cr:YSGG laser irradiation (iPlus, Waterlase: 3W; 20Hz; 53.57J/cm²). The samples were randomly assigned into six groups (n=20): G1- no treatment (control); G2- Liner HeraCeram; G3- Liner ZirLiner; G4- Er,Cr:YSGG Laser; G5- Er,Cr:YSGG Laser + Liner HeraCeram; G6- Er,Cr:YSGG Laser + Liner ZirLiner. Zirconia samples were adhered to covering feldspathic ceramic (IPS e.max ZirPres, Ivoclar Vivadent) with injection of lost wax with a cylindrical conduct with 0.8 mm diameter (Wax Shapes Kerr -USA), and each zirconia bar received three conducts. Samples were submitted to thermal-mechanic cycling (100,000 cycles). Twenty bars of each group were evaluated by microshear test (uSBS) with 1 mm/min speed. The failure mode was evaluated (50x magnification) and the surface morphology of the samples were analyzed by scanning electron microscopy. The microshear values were submitted to Levene normality test. The statistical analyse were performed with two-way ANOVA and Tukey test (p<0.05); the failure mode were express by descriptive analysis. There was factor interaction between factors "Irradiation" and "Liner" (p<0.05). Mean uSBS (SD) in MPa were: G1-12.1(4.1)^{Ab}; G2-14.4 (5.5)^B; G3-9.7 (2.4)^{Ab}; G4-18.2 (5.2)^{Ba}; G5-26.7 (17.6)^{Aa}; G6-21.0 (6.0)^{Ba}. The use of liner before injection improved the bond strength between Y-TZP zirconia and feldspathic ceramic to irradiated samples. Microshear test analysis can be used for bond strength resistance evaluation between Y-TZP zirconia and feldspathic ceramic.

KEYWORDS: Ceramic. Zirconia. Surface treatment. Bond strength. Laser.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA.....	13
2. PROPOSIÇÃO	17
3. MATERIAL E MÉTODOS	18
4. RESULTADOS	26
5. DISCUSSÃO	32
6. CONCLUSÕES.....	38
7.REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	39

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O grande emprego das cerâmicas reforçadas em restaurações estéticas indiretas e estrutura de próteses parciais fixas tem aumentado, em razão de suas propriedades estéticas e propriedades mecânicas clinicamente confiáveis (Brodbeck et al., 1980). Apesar de suas ótimas características estéticas, as cerâmicas são frágeis, o que levou a princípio ao desenvolvimento de uma infraestrutura metálica que oferecesse resistência à fratura adequada a esses materiais. Desde que a união entre cerâmica e metal foi viabilizada, as restaurações metalocerâmicas passaram a ser amplamente utilizadas ao longo dos anos com alto nível de sucesso clínico (Borges et al., 2001).

Contudo, as coroas metalocerâmicas apresentam algumas características estéticas desfavoráveis para a exigência estética atual, e o uso da Y-TZP vem sendo proposto com sucesso (Kern; Wegner, 1998; Piconi; Maccauro, 1999; Ozkurt; Kazazoglu, 2010)

O óxido de zircônia (ZrO_2) tornou-se um material muito solicitado no campo da indústria médica nos últimos 40 anos devido a sua força, resistência à fratura (Casellas et al., 2001), sua estabilidade química e a biocompatibilidade (Borges et al., 2009; Chevalier et al., 2006; Filser et al., 2001). Um problema clínico com o uso de material à base de zircônia é a dificuldade em conseguir a adesão adequada de substratos sintéticos com tecidos naturais (Aras et al., 2016; Thompson et al., 2011).

Em razão da zircônia pura ser muito instável, apresentando uma estrutura monoclinica à temperatura ambiente, alguns compostos específicos são adicionados ao material para conferir maior estabilidade (Denry; Kelly, 2008). Os três sistemas cerâmicos à base de zircônia utilizados na Odontologia são: policristais de zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP), zircônia parcialmente estabilizada por cátion dopado de magnésio (Mg-PSZ) e alumina reforçada por zircônia (ZTA) (Denry; Kelly, 2008).

O uso da coroas cerâmicas com infraestrutura em zircônia Y-TZP na Odontologia tem aumentado significativamente nos últimos anos em razão, dentre outras propriedades, de sua estética superior quando comparada às

metalocerâmicas e 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).

A zircônia, como substituto do metal em estruturas metálicas, é um material muito promissor, uma vez que possui propriedades mecânicas muito favoráveis. Estudos *in vitro* e *in vivo* relataram resistência adequada e performances mecânicas, compatível com a manutenção clínica como um material de estrutura para ambos tipos de coroas: individuais e de próteses parciais fixas de curta extensão. No entanto, os resultados clínicos não são comparáveis com restaurações metal-cerâmicas convencionais, e não há dados de longo prazo suficientes para validar o potencial clínico da zircônia (Zarone et al., 2011). Sailer et al. (2015) relataram que as coroas unitárias de zircônia exibiram significativamente mais perda de retenção do que as coroas metal-cerâmica em 5 anos de acompanhamento.

Por razões estéticas, essas subestruturas tem que ser recobertas com uma cerâmica de cobertura. Apesar da zircônia TTZP apresentar a maioria das melhores propriedades mecânicas dentre os sistemas cerâmicos disponíveis (Ramos et al., 2014), a união da interface com a cerâmica de cobertura é o componente mais fraco de restaurações de zircônia YTZP recobertas com cerâmica (Fischer et al., 2008). A estabilidade dessa interface pode ser ameaçada pela ocorrência de lascamento e descolamento da porcelana (Ramos et al., 2014).

O lascamento da cerâmica de cobertura é a razão mais frequente para falhas com um índice de 15,2% após o tempo de instalação de $35,1 \pm 13,8$ meses (Sailer et al., 2007). O estudo de Ramos et al. (2014) mostrou uma taxa de falha adesiva na ordem de 70%. A espectrofotometria por Raman possibilitou averiguar a relação entre a cerâmica zircônia-cerâmica feldspática, que não é bem conhecida e observa-se uma zona de interdifusão entre as camadas quando a cerâmica feldspática é aplicada na versão pó-líquido (Durand et al., 2012).

Fischer et al. (2008) avaliaram a resistência flexural de dez diferentes cerâmicas de cobertura para a zircônia e não observaram diferenças para o teste de três pontos. As falhas adesivas entre a cerâmica de cobertura feldspática e a subestrutura podem ser explicadas, em parte, pelo alto ângulo de contato entre esses dois materiais, e diferenças no coeficiente de expansão térmica (de Kler et al., 2007), a pobre condutibilidade térmica associada com a pobre difusibilidade térmica

(Bonfante et al. 2010); ou o estado da superfície de zircônia da subestrutura (Komine et al., 2010; Ramos et al., 2014).

Em comparação com as metalo-cerâmicas, lascamento excessivo é observado em estudos clínicos com restaurações em zircônia. Para explicar este efeito, dois aspectos devem ser considerados. Um aspecto é a tensão residual térmica, durante o resfriamento e, após a queima da cerâmica de cobertura. Nos sistemas metalo-cerâmicos, esse estresse pode ser parcialmente relaxado por uma deformação elástica ou plástica da subestrutura. Em contraste, uma subestrutura de zircônia é rígida, o que leva a uma maior formação de estresse (Fischer et al., 2008). Bandas de zircônia tetragonal com características de monolítica foram relatadas após análise da interface zircônia-cerâmica de cobertura por espectroscopia micro-Raman, além de detectar a presença de fases microcristalinas em policristais cerâmicos (Ramos et al., 2015).

Os materiais cerâmicos baseados em zircônia são mais fortes e tem mais tenacidade do que os materiais cerâmicos vítreos convencionais (Guazzatto et al., 2004b). A zircônia tem um módulo de elasticidade relativamente alto (215 GPa) e alta força de resistência flexural (1.000MPa) que excede muitas ligas metálicas e os clínicos e técnicos sugerem quem a espessura mínima de material seja de 0,7mm (Lan et al., 2016). Guazzatto et al. (2004a) observaram microscopicamente a relação entre a matriz vítrea e a fase cristalina, as características dessa última foram correlacionadas com a força e a tenacidade dos materiais cerâmicos avaliados.

Modificações químicas e mecânicas da superfície de próteses fixas são métodos bem documentados para o estabelecimento de adesão confiável entre o componente protético cerâmico e o cimento resinoso (Erdem et al., 2014; Blatz et al., 2010; Eduardo et al., 2012; Atsu et al., 2006; Amaral et al., 2006).

Muitos estudos avaliaram diferentes tratamentos de superfície para melhorar a adesão da infraestrutura de zircônia YTZP com a cerâmica de cobertura, assim como abrasão, que pode aumentar a rugosidade superficial e produzir uma forma retenção mecânica fraca, e melhorar a interface de adesão. A literatura sugere que o uso de *liners* pode proporcionar uma melhoria da interface de adesão. Entretanto, outros estudos reportaram que o *liner* pode enfraquecer a resistência de união (Yoon et al., 2015). Na tentativa de melhorar a resistência ao cisalhamento

entre porcelana feldspática e a subestrutura zircônia, um *liner* de dissilicato de lítio foi proposto e obteve resultados positivos (Wattanasirmit et al., 2015).

Outro método utilizado é o tratamento da zircônia Y-TZP com lasers. O laser atua sobre as superfícies de modo fototérmico, transformando energia luminosa em calor (Coluzzi et al., 2004) O laser de Er,Cr:YSGG pode remover partículas pelo processo chamado ablação que inclui micro-explosões e vaporização (Cavalcanti et al., 2009). Nessa última modalidade, a temperatura e pressão interna aumentam dentro da cerâmica até a destruição explosiva da partícula que ocorre antes do ponto de derretimento ser atingido. Alguns estudos (Usumez; Aykent, 2003; Kursoglu et al., 2013; Silva. 2011; Aras et al., 2015) avaliaram os efeitos da irradiação com o laser de Er,Cr:YSGG na resistência de união dos cimentos resinosos à restaurações de cerâmica .

Kirmali et al. (2015) estudaram os efeitos do laser de Er,Cr:YSGG em 1W a 5W para superfície de Y-TZP a fim de melhorar a adesão da cerâmica de cobertura e obteve resultados promissores em relação a melhora da adesão entre cimento resinoso e a zircônia. No momento, nenhum método pode ser considerado padrão para estabelecer uma adesão ótima entre a Y-TZP e as cerâmicas de cobertura.

2. PROPOSIÇÃO

Os objetivos do presente estudo foram avaliar os efeitos do tratamento da Zircônia Y-TZP com *liners* associados ao uso laser de Er,Cr:YSGG na resistência de união a uma cerâmica de cobertura feldspática, e observar o padrão de falha das interfaces avaliadas.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1- Delineamento Experimental:

Os fatores em estudo foram o “laser” em 2 níveis (irradiação e sem irradiação) e *liner*, em três níveis (controle sem *liner*, *liner A* e *liner B*) definindo 6 grupos experimentais. As unidades experimentais corresponderam a 120 espécimes de zircônia Y-TZP (n=20) aleatorizadas entre os grupos experimentais:

G1- zircônia Y-TZP+ vidro-cerâmica fluorapatita (controle)

G2- zircônia Y-TZP+ *ZirLiner* + vidro-cerâmica fluorapatita

G3- zircônia Y-TZP+ *HeraCeram* + vidro-cerâmica fluorapatita

G4- zircônia Y-TZP+ Laser de *Er,Cr:YSGG* (3W; 20Hz; 53,57 J/cm²) + vidro-cerâmica fluorapatita

G5- zircônia Y-TZP+ Laser de *Er,Cr:YSGG* (3W; 20Hz; 53,57 J/cm²) + *ZirLiner* + vidro-cerâmica fluorapatita

G6- zircônia Y-TZP+ Laser de *Er,Cr:YSGG* (3W; 20Hz; 53,57 J/cm²) + *HeraCeram* + vidro-cerâmica fluorapatita

A variável de resposta foi a resistência de união ao microcislamento (μ SBS) em MPa da interface zircônia – cerâmica de cobertura. A tabela 1 apresenta os materiais selecionados para o estudo.

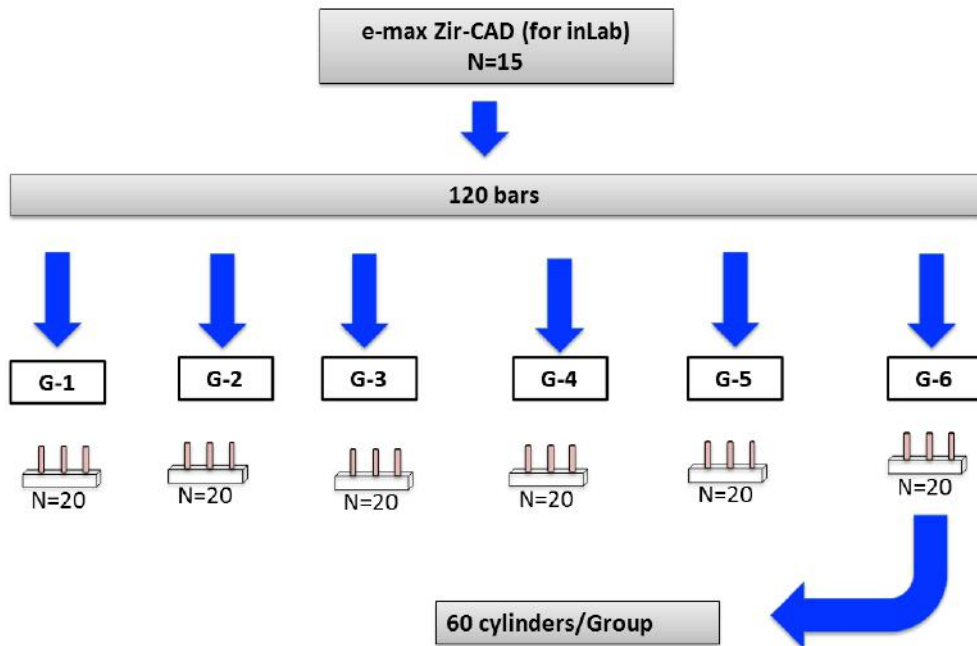
Tabela 1. Materiais selecionados: marca comercial, composição e fabricantes.

Materiais	Composição	Fabricantes
Zir Liner	SiO ₂ (50%-60%);Al ₂ O ₃ (16%-22%);Na ₂ O (6%-11%); K ₂ O (4%-8%);CaO, P ₂ O ₅ , F (2.5%-7.5%); other oxides (1.5%-8%)	Ivoclar Vivadent, Schaan Lichtenstein
HeraCeram	Não disponível	Heareus Kulzer, Hanau Germany
IPS e.max ZirPress	SiO ₂ ,LiO, Na ₂ O,K ₂ O, MgO, Al ₂ O ₃ , CaO, ZrO ₂ , P ₂ O ₅ e outros óxidos	Ivoclar Vivadent, Schaan Lichtenstein
IPS e.max ZirCAD	ZrO ₂ , Li ₂ O, Na ₂ O, K ₂ O, MgO, Al ₂ O ₃ , CaO, ZrO ₂ , P ₂ O ₅ e outros óxidos	Ivoclar Vivadent, Schaan Lichtenstein

Abreviaturas: SiO₂,: óxido de silício; Na₂O; K₂O: óxido de fósforo; MgO: óxido de magnésio; Al₂O₃;

óxido de alumínio; CaO: óxido de cálcio; ZrO₂: óxido de zircônio P₂O₅: óxido de fósforo

3.2- Fluxograma



3.3- Preparo dos corpos-de-prova

Blocos cerâmicos pré-sinterizados para processamento tipo CAD/CAM foram acoplados a uma cortadeira metalográfica de precisão (ISOMET 100, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) e seccionados nas dimensões de 10x6x4 mm³, com disco de diamante (Series 15LC Diamond no 11-4254, Buehler, Lake Buff, IL, USA) com velocidade de 250 rpm sob refrigeração a água (Figura 1). Foram obtidas 120 barras de zircônia (B-40 L, emax ZirCAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Principado de Liechtenstein).



Figura 1. (A) emax ZirCAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Principado de Liechtenstein) (B) Cortadeira metalográfica (ISOMET 1000, Buehler, Lake Buff, IL, USA) (C) Disco diamantado (Series 15LC Diamond no 11-4254, Buehler, Lake Buff, IL, USA).

Para simular a superfície após o desgaste por CAD-CAM, foi realizada uma padronização da superfície das barras de zircônia com um instrumento cortante rotatório diamantado (ICRD) de formato cilíndrico (cylinder pointed bur, Sirona Bensheim, Alemanha) próprio das máquinas de usinagem de blocos cerâmicos para a confecção de próteses fixas (fig. 2), acoplado a um micromotor (DLT 50K Brasseler, USA). Foram realizados movimentos pendulares, por 20s e com motor acionado a 2500 rotações por minuto pelo mesmo operador acoplado em uma balança de suspensão adaptada com uma pressão de 300g, obtendo uma superfície uniforme.

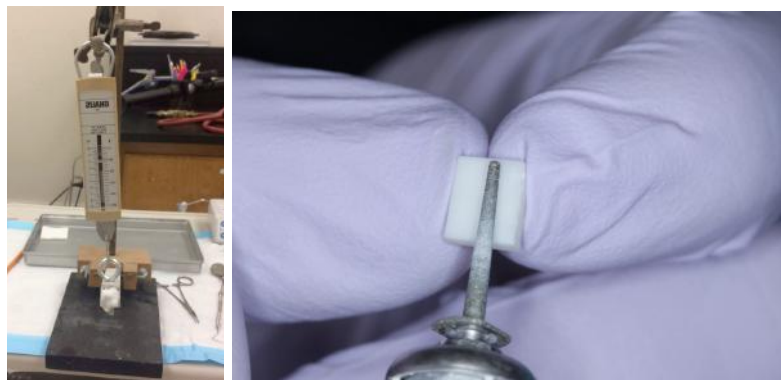


Figura 2. Balança de suspensão adaptada e padronização de superfície realizada com broca (ICRD) de formato cilíndrico (cylinder pointed bur, Sirona Bensheim)

Em seguida, as barras foram sinterizadas com temperatura de 1.530° C por 3 horas, velocidade de aquecimento de 25° C/min e tempo de resfriamento de 7,5 horas. Devido à contração da ordem de 20%, as barras atingiram a dimensão final de aproximadamente 7x5x2,5 mm³.

3.4-Tratamento de superfície

Os blocos de zircônia foram limpos em uma cuba ultrassônica contendo solução de isopropanol a 96% durante 3 minutos e receberam os tratamentos de superfície. Em seguida foram distribuídos aleatoriamente entre os grupos experimentais para os respectivos tratamentos de superfície, exceto o G1 (controle) que não recebeu tratamento.

3.5- Tratamento com laser de Er,Cr:YSGG

A irradiação das amostras foi realizada com o laser de Er,Cr:YSGG (Biolase® Technologies Inc., Irvine, CA, USA) que apresenta comprimento de onda de $2,78 \mu\text{m}$ e trabalha no modo pulsado com largura de pulso entre 60 a $700 \mu\text{s}$ e taxa de repetição de 5 a 100 Hz, potência de 0,1 a 10 W energia de pulso de 0 a 600 mJ. O sistema de entrega do feixe é por peça de mão com fibra óptica, sendo que, foi utilizada a ponta MZ6, com diâmetro de $600 \mu\text{m}$. A irradiação nos grupos G4, G5 e G6 foi realizada com refrigeração ar/água (65% e 55%, respectivamente) a uma distância de 2 mm da superfície cerâmica, com 3W de potência, taxa de repetição de 20 Hz, $53,57 \text{ J/cm}^2$, antes da sinterização. Cada amostra foi irradiada uma vez nas direções horizontal e vertical, por 30 segundos pelo mesmo operador, de forma que a área total da amostra fosse tratada homoganeamente. Em seguida, foram sinterizados e os grupos G5 e G6 receberam o tratamento com *liner*.

3.6- Aplicação do Liner

Os grupos G3 e G6 receberam HeraCeram Zir (Heraeus Kulzer) e as amostras dos grupos G2 e G5 receberam ZirLiner (Heraeus Kulzer) com o auxílio de um pincel de acordo com as orientações dos fabricantes e levados ao forno (P-500, Ivoclar Vivadent). O forno era pré-aquecido a $430 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1min e a temperatura de queima foi 960°C , com taxa de aquecimento de $40 \text{ }^\circ\text{C/min}$. Início do vácuo: 450°C e término do vácuo $95 \text{ }^\circ\text{C}$ (fig. 3).



Figura 3. Aplicação do *liner* sobre as amostras de zircônia (A) e aspecto após remoção do forno (B).

3.7- Aplicação da Cerâmica de Cobertura

Para aplicação da cerâmica de cobertura foi realizada uma matriz em cera por meio de tubos de cera (Wax Shapes Kerr, Orange, CA, USA) com diâmetro interno de 0,8 mm e 10 mm de altura. Após, foi realizado o posicionamento de 3 tubos perpendicularmente à superfície (Figura 4), estes tubos de cera foram conectados a uma cera em lâmina (12x6x4 mm³) (Pink Set Up Wax Kerr -USA) (figura 4). Os blocos preparados receberam a cerâmica de cobertura (IPS e-max ZirPress, Ivoclar Vivadent) por meio da técnica de cera perdida e injeção.

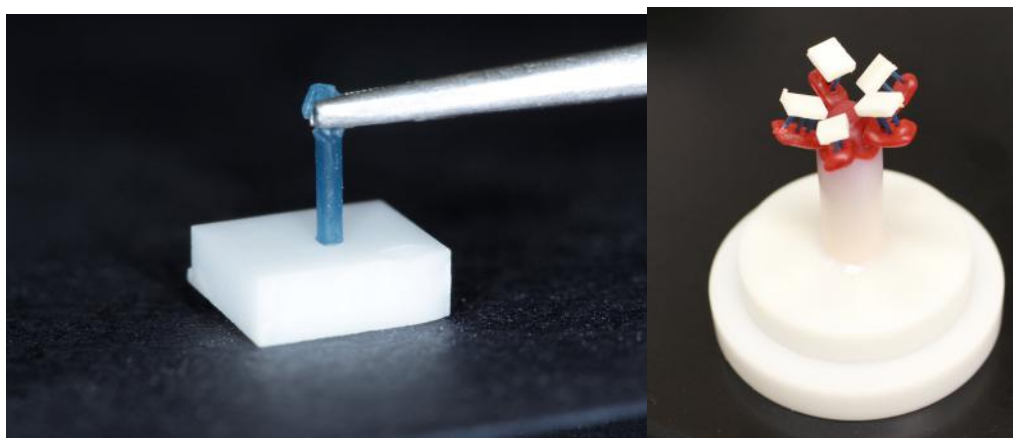


Figura 4. Confeção das matrizes com tubos de cera (Wax Shapes Kerr, Orange, CA, USA) e cera utilidade (Pink Set Up Wax Kerr -USA) para a realização da técnica da cera perdida.

A inclusão do conjunto (barras de zircônia Y-TZP + cera + cilindros de cera) foi realizada no anel próprio (silicone Ivoclar Vivadent) e o revestimento foi manipulado na proporção de 200 gramas (IPS Press Vest Speed pó) para 60 ml de líquido (IPS Press Vest Speed, líquido) + 40 ml de água.

O conjunto (barras de Y-TZP + cera + cilindros de cera), após inclusão e perda da cera foi preparado para receber a cerâmica de cobertura injetada (emax ZirPress- Ivoclar Vivadent). Foi inserida duas pastilhas de cerâmica no anel de revestimento (IPS Press Speed, Ivoclar Vivadent Vest) logo após o pré aquecimento do forno, a mesma foi injetada por pressão e sob vácuo em forno EP 5000 (Ivoclar Vivadent) seguindo as recomendações do fabricante.

Para a remoção do revestimento foi utilizado um disco diamantado 38mm x 0,60mm (American Burrs-USA), os restos de revestimento foram removidos usando pérolas de vidro para polimento, com 4 bar de pressão até que os espécimes fossem visíveis.



Figura 5. Remoção do revestimento e aspecto da IPS e.maxZirPress (cerâmica de cobertura) após a injeção.

3.8- Ciclagem Térmica

Amostras de todos grupos foram termocicladas por 30.000 ciclos entre $5 \pm 2^\circ$ C e $55 \pm 2^\circ$ C, de 15 s cada totalizando 30 s entre esvaziamento e enchimento de cada banho, no simulador de mastigação CS-3 (SD Mechatronik, Alemanha).

3.9- Ensaio de microcisalhamento

Cada placa de cerâmica foi posicionada e fixada por meio de um adesivo do tipo cianocrilato (Super Bonder Gel®, Loctite Ltda., São Paulo, Brazil) em um dispositivo integrante da máquina de ensaio universal (OMT-100; Odeme Dental Research-Luzerna SC-Brazil), no qual foi realizado o teste de microcisalhamento.

Uma lâmina foi posicionada horizontalmente à superfície da barra de zircônia na interface com a cerâmica de cobertura, e a máquina foi acionada a uma velocidade de 1mm/min (Figura 6). Em seguida a área de fratura foi mensurada utilizando microscópio (VHX-5000, Keyence-Japan), com aumento de 200X. A área foi obtida em μm^2 .

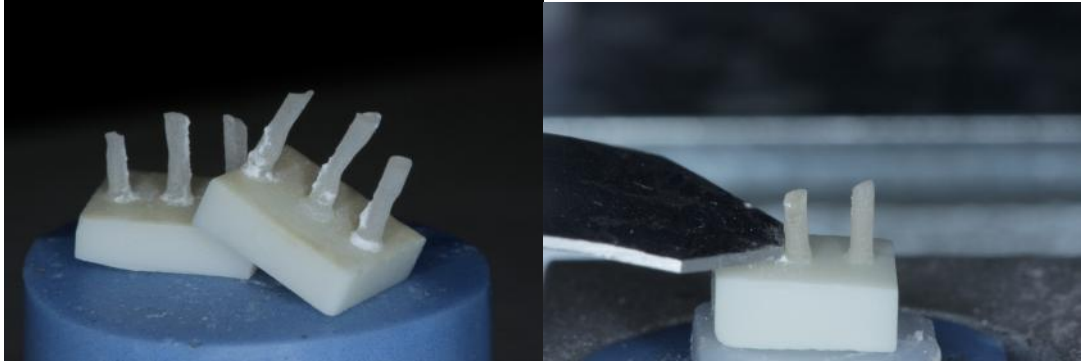


Figura 6. Ensaio de Microcisalhamento (OMT-100, Odeme Dental Research-Luzerna SC-Brazil).

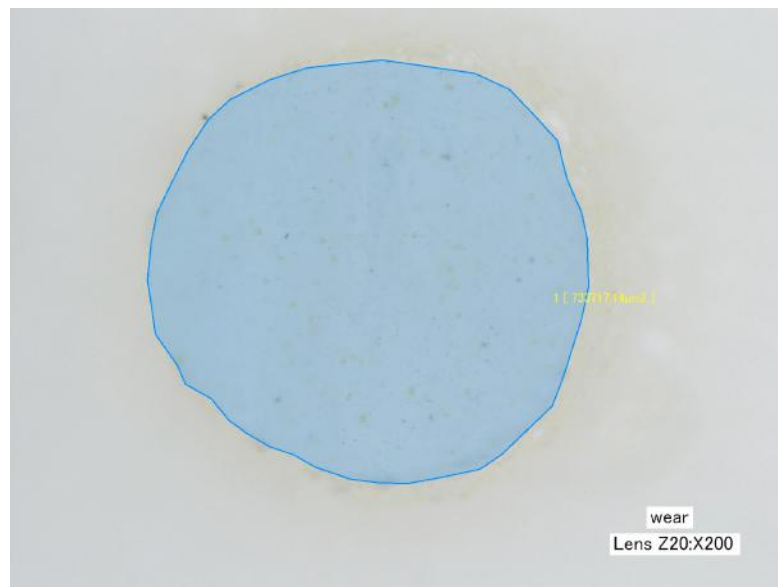


Figura 7. Mensuração da área de fratura em μm^2

3.10- Avaliação do Padrão de Falha

O padrão de falha das amostras foi avaliado em microscópio (VHX-5000, Keyence-Japan), com aumento de 200X acoplado em câmera digital e foi classificado de acordo com três tipos:

- (A) falha adesiva na interface entre a cerâmica e zircônia;
- (B) falha coesiva na cerâmica de cobertura;
- (C) falha coesiva na zircônia.

A porcentagem de cada modo de fratura foi calculada para os grupos avaliados.

3.11- Microscopia Eletrônica de Varredura

Após observação em microscópio ótico, os fragmentos mais representativos de cada grupo experimental foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura. Os fragmentos foram posicionados sobre os *stubs* recobertos com carbono para a observação da área fraturada em Microscópio eletrônico de Varredura(Leo 435 VP, Leo Eletron Microscopy Ltd., Cambridge, United Kingdom) em aumento que variou de 200 a 300X.

3.12- Análise Estatística

Foram utilizados os dados obtidos de cada grupo como valor de microcisalhamento e foi realizada análise de variância (2-way ANOVA) considerando o delineamento fatorial, seguida pelo teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Foi utilizado o programa estatístico SPSS 20.0. Foi ainda observada a potencia dos dados. (IBM SPSS Statistics Version 20, IBM Company, Armonk, NY, USA).

O padrão de fratura e a caracterização de superfície foram expressos por análise descritiva.

4- RESULTADOS

4.1- Microcisalhamento

A análise de variância demonstrou diferenças estatísticas significantes ($p=0,045$) na interação entre os fatores “Laser” e “Liner”. Para a análise estatística a potencia observada para os fatores em estudo foi para o fator “Liner” 0,992 e, para o fator “Laser” 1,000.

A Tabela 2 mostra as médias, desvio padrão, falhas pré-teste e resultados do teste de Tukey

Tabela 2. Valores médios de microcisalhamento (MPa), desvio padrão, falhas pré-teste e resultados do Teste de Tukey dos grupos avaliados.

	Falhas			Falhas	
	sem Laser	Pré- Teste		Laser	Pré- Teste
G1- zircônia Y-TZP+ vidro-cerâmica fluorapatita (controle)	12,1 (4,1)Ab	18/60	G4- zircônia Y-TZP+ <i>Laser</i> + vidro-cerâmica fluorapatita	18,2 (5,2)Ba	13/60
G2- zircônia Y-TZP+ <i>ZirLiner</i> + vidro- cerâmica fluorapatita	14,4 (5,6)Ab	11/60	G5- zircônia Y-TZP+ <i>Laser</i> + <i>ZirLiner</i> + vidro-cerâmica fluorapatita	26,7 (17,6)Aa	8/60
G3- zircônia Y-TZP+ <i>HeraCeram</i> + vidro- cerâmica fluorapatita	9,7 (2,4)Ab	36/60	G6- zircônia Y-TZP+ <i>Laser</i> + <i>HeraCeram</i> + vidro-cerâmica fluorapatita	21,0 (6,0)Ba	11/60

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

Todos os grupos tratados com laser (G4, G5, G6) apresentaram maior valor de resistência de união do que os não tratados (G1, G2, G3). Os grupos tratados somente com liner (G2, G3) não diferiram do grupo controle (G1). O grupo G5 (zircônia Y-TZP+ *Er,Cr:YSGG Laser* + *ZirLiner* + vidro-cerâmica fluorapatita) apresentou valores de resistência de união significativamente maiores em comparação aos demais grupos irradiados (G4 e G6) demonstrando um efeito sinérgico entre o tratamento com laser e o *ZirLiner*.

4.2- Padrão de Falha

Observou-se que o padrão de fratura predominante foi adesivo como demonstrado no gráfico 1.

O gráfico 1 apresenta o padrão de fratura dos grupos avaliados, sendo que o padrão predominante de fraturas foi do tipo adesivo, com exceção do grupo G6 que apresentou padrão de fratura predominante do tipo coesivo na cerâmica de cobertura. Não foram observadas fraturas coesivas em zircônia.

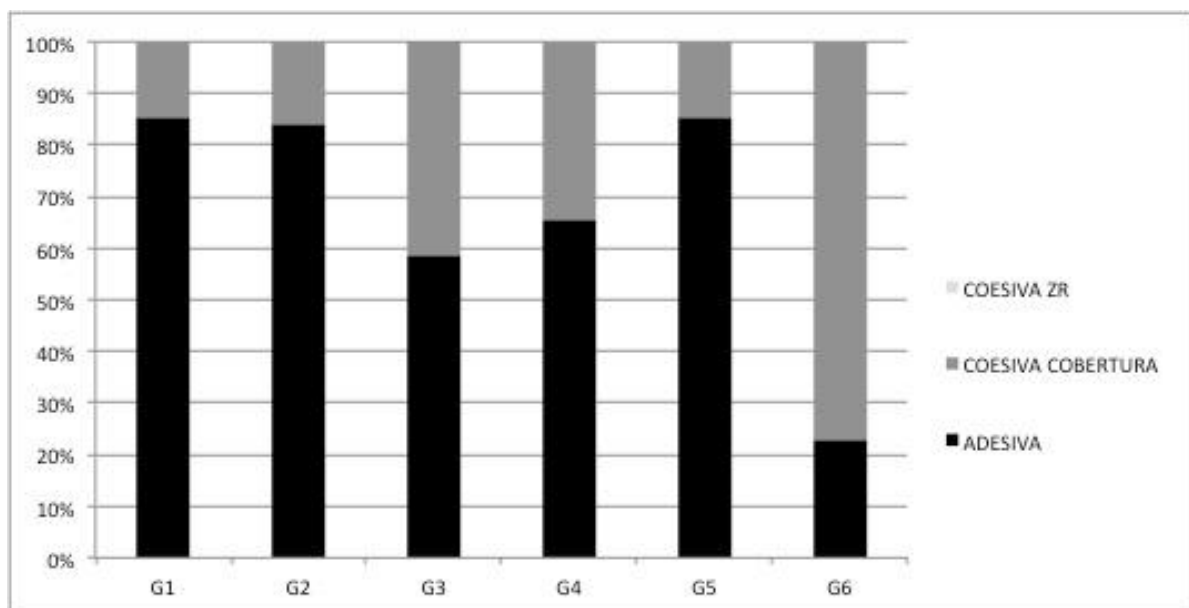


Gráfico 1. Análise descritiva dos padrões de fratura em (%) dos grupos avaliados

4.3- Análise Microscópica

As Figuras 8 e 9 mostram imagens representativas do tipo de fratura ocorrida na interface de união. A Figura 8 apresenta imagens representativas dos grupos sem tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG, pode-se notar uma superfície uniforme e sem grandes alterações de superfície(*) e na região ao lado pode-se observar o início da fratura iniciado pelo cinzel arredondado (#).

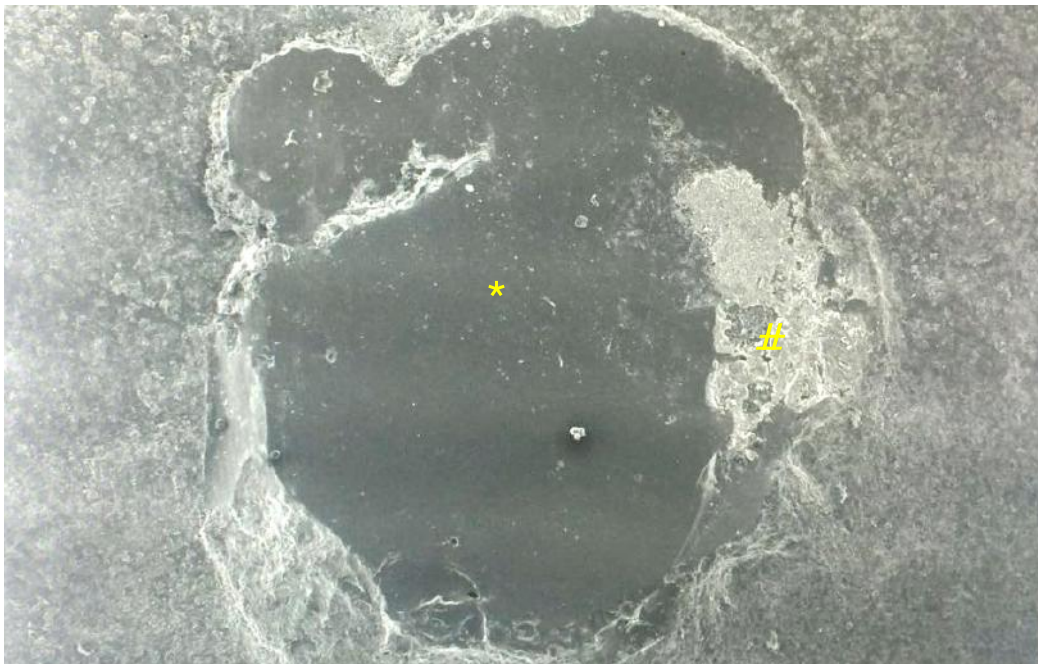


Figura 8. Imagens ilustrativas da interface de união fraturada nos grupos sem tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG.

A Figura 9 apresenta imagens representativas dos grupos com tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG (A) espécime com falha adesiva; (B) falha coesiva na cerâmica de cobertura, respectivamente.

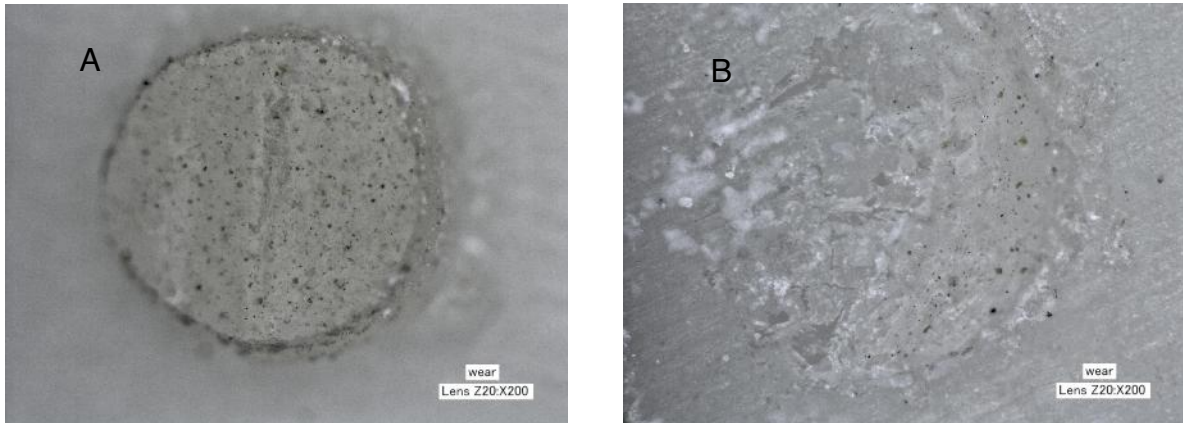


Figura 9. Imagens ilustrativas da interface de união fraturada nos grupos com tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG (A) espécime com falha adesiva; (B) falha coesiva na cerâmica de cobertura.

4.4- Microscopia Eletrônica de Varredura

A Figura 10 apresenta imagens representativas da zircônia irradiada com o laser de Er,Cr:YSGG após sinterização (A) e, apresenta imagem representativa da zircônia sem irradiação após sinterização (B).

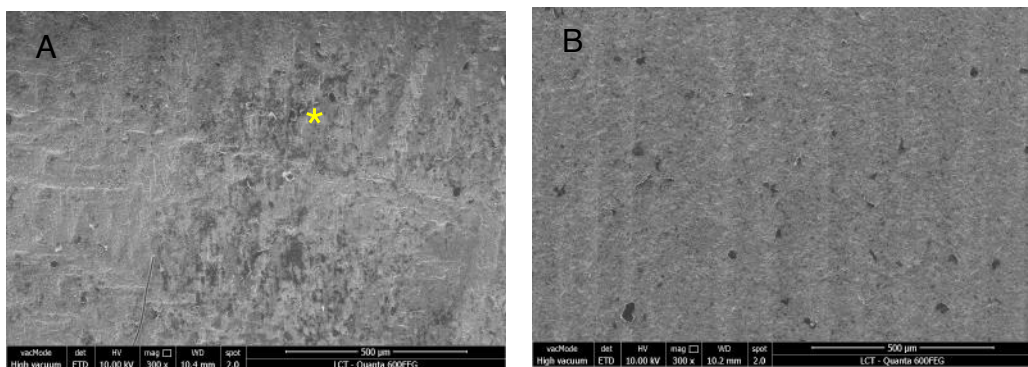


Figura 10. (A) Apresenta imagem representativa da zircônia YTZ-P irradiada com o laser de Er,Cr:YSGG após sinterização o (*) indica a região que é possível visualizar uma maior rugosidade superficial sobreposto às irregularidades promovidas pelo uso da broca do CERC. A figura (B) apresenta imagem representativa da zircônia YTZ-P sem irradiação após sinterização.

A Figura 11 apresenta imagens representativas de fratura adesiva entre YTZ-P e (A) Liner Heraceram pode se observar que o liner foi totalmente removido as superfície da YTZ-P, pode-se considerar que a adesão entre Liner Heraceram ea YTZ-P. A ficura (B) o apresenta imagem representativa de fratura coesiva entre zircônia e Zir Liner diferentemente podemos observar que mesmo em uma fratura coesiva não ocorreu o desprendimento total do Zir Liner da YTZ-P na região do (#) nota-se as marcas do cinzel incidindo exatamente na interface e ao redor do teste pode-se observar o aspecto da superfície da YTZ-P recoberto pelo Zir Liner.

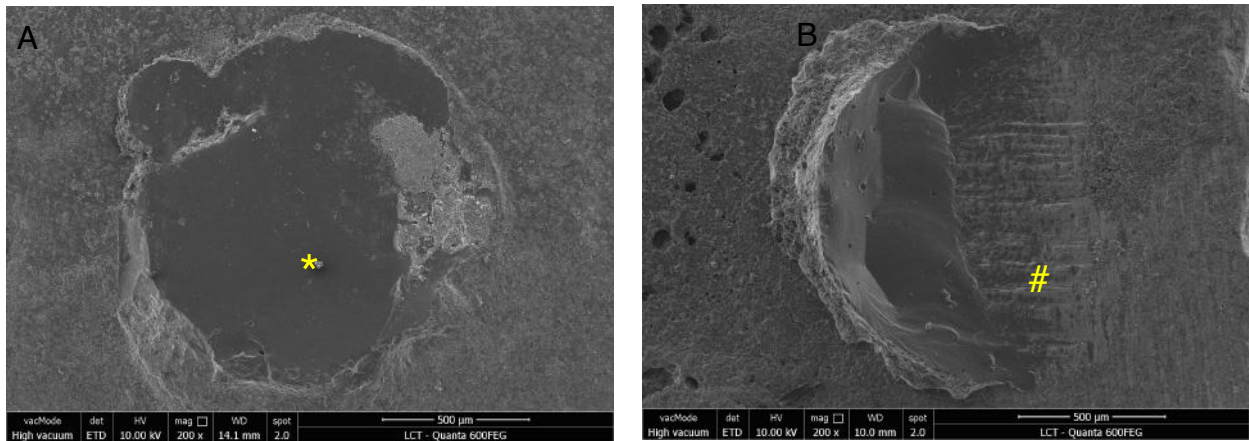


Figura 11. (A) Imagem representativa de fratura adesiva entre zircônia e Liner Heraceram (B) apresenta imagem representativa de fratura coesiva entre zircônia e Zir Liner.

A Figura 12 apresenta imagens representativas da zircônia e ZirLiner usando imagem por BSE *Back-scattered* (A) e, apresenta imagem representativa da zircônia e Heraceram em ambas a imagem mais clara apresenta maior peso molecular (B).

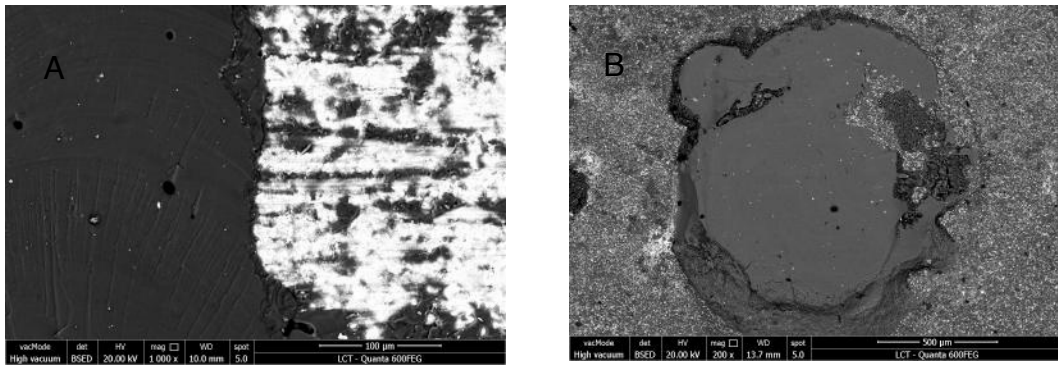


Figura 12. (A) Imagem representativa da zircônia e Zir Liner usando imagem por *Back-scattered* BSE e (B) apresenta imagem representativa da zircônia e Heraceram em ambas a imagem mais clara apresenta maior peso molecular.

5- DISCUSSÃO

O uso da zircônia como estrutura protética tem aumentado significativamente nos últimos anos em razão, de sua estética superior as convencionais metalocerâmicas e melhor resistência mecânica comparada às cerâmicas feldspáticas, e às cerâmicas utilizadas para estrutura a base de leucita e de dissilicato de lítio (Kern; Wegner, 1998; Piconi; Maccauro, 1999; Ozkurt; Kazazoglu, 2010).

De acordo com alguns estudos, os valores de resistência à fratura da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio pode variar de 936,7 MPa a (Tinschert et al., 2000; Guazzato et al., 2004; Yilmaz et al., 2007).

Pode-se afirmar que a zircônia é um excelente material para ser utilizado como infraestrutura das restaurações cerâmicas livres de metal devido a sua alta rigidez e resistência. No entanto, existem poucos estudos longitudinais que demonstrem sucesso clínico comparável com as restaurações metalocerâmicas convencionais (Zarone et al., 2011).

Para mimetizar as estruturas dentais, a zircônia tem que ser recoberta com uma cerâmica de cobertura apropriada (Aboushelib et al., 2008), como uma cerâmica feldspática, para melhorar seu aspecto estético e esconder sua opacidade. Clinicamente, a interface com a cerâmica de recobrimento apresenta-se como o elo mais fraco nessas restaurações (Aboushelib et al., 2008; Fischer et al., 2008), podendo apresentar um índice de falha de mais de 15% (Raigrodski et al., 2012), e apresenta-se como segunda causa de falha mais comum após a perda de adesão (Sailer et al., 2007). Então, o sucesso de uma coroa cerâmica livre de metal depende da resistência da infraestrutura, da resistência da cerâmica de cobertura e da resistência de união entre a infraestrutura e a cerâmica de cobertura (Yamamoto, 1985).

É importante ressaltar que, restaurações cerâmicas livres de metais, refere-se a um sistema restaurador composto por no mínimo duas cerâmicas diferentes, isso favorece o entendimento e a inter-relação dos componentes para o sucesso da restauração. A denominação sistema refere-se aos materiais diferentes que são unidos para formarem uma unidade, ou seja, um único componente restaurador em que um depende do outro para se tornar uma unidade sólida (Yamamoto, 1985; Luthardt et al., 2002).

Estudos avaliaram diferentes tratamentos de superfície para melhorar a adesão do revestimento cerâmico a infra-estrutura de zircônia, como a abrasão que pode aumentar energia de superfície e produzir retenções micromecânicas e assim, melhorar o desempenho de adesão entre a zircônia e a cerâmica feldspática (Kim et al., 2011). A literatura sugere o uso de recobrimento a base de óxidos para melhorar a adesão da interface e favorecer a estética, em forma de *liner*.

Para melhorar a união nesta interface foi proposta a aplicação de um *liner* na superfície de uma estrutura de zircônia que é recomendado pelo fabricante. No entanto, existem pontos de vista conflitantes na literatura, com relação aos resultados provenientes dos ensaios de tração que avaliaram o início de fraturas, afirmam que o uso de um *liner* entre a zircônia e a cerâmica de cobertura pode dobrar a resistência de união (Tada et al., 2012; Aboushelib et al., 2005). No presente estudo, o uso isolado de *liners* não favoreceram a resistência de união.

No entanto, o presente estudo foi realizado após a ciclagem térmica, desafio não empregado nos estudos anteriores e, esse fato pode explicar os resultados dos grupos G1; G2 e G3 que não demonstram efeito adjunto para os *liners*. Assim, a resistência de união na interface subestrutura-cerâmica de cobertura e a resistência da própria camada de união podem ser afetadas por tensões residuais térmicas extensas, um problema que pode então desenvolver-se durante a fase após a sinterização. Além disso, observou-se falhas pré-teste em demasia para o grupo G3 (Y-TZP+ *HeraCeram* + cerâmica). Contudo, outros estudos apresentaram efeito negativo após o uso do *liner* (Mosharraf et al., 2011; Kim et al., 2011.)

Kim et al. (2011) observaram uma diminuição da resistência ao cisalhamento entre a interface zircônia e a cerâmica de cobertura quando comparado ao uso de partículas de óxido de alumínio.

Tinschert et al. (2000) afirmaram que a aplicação um *liner* pode diminuir a resistência de união e aumentar as falhas do sistema restaurador. Além disso, dois estudos *in vitro*, um com ensaio de microtração (Harding et al., 2012) e o outro com ensaio de resistência ao cisalhamento (Fischer et al., 2008) demonstraram que não houve efeito sobre a resistência de união na interface.

De modo geral, principalmente quando se trata de condicionamento da zircônia pré-cimentação, é possível observar divergências na literatura quanto ao condicionamento da superfície cerâmica antes ou após o processo de sinterização. Alguns trabalhos têm demonstrado resultados promissores para o tratamento de

superfície da cerâmica previamente à sinterização da zircônia Y-TZP (Monaco et al., 2011; Moon et al., 2011). O tratamento com laser é sugerido para aumentar a resistência de união entre a interface zircônia Y-TZP e cerâmica, e observou-se no presente estudo aumento dessa resistência quando a zircônia foi tratada com Laser de Er,Cr:YSGG (3W; 20Hz; 53,57 J/cm²). Estudos demonstram que o laser de Er:YAG, que apresenta comprimento de onda próximo ao de Er,Cr:YSGG, foi utilizado para o tratamento da superfície de zircônia odontológica pós sinterização, e proporcionou maior resistência ao microcisalhamento entre o cimento resinoso e a zircônia (Akyil et al., 2010; Eduardo et al., 2012; Erdem et al., 2014), porém outro estudo apresentou resultados desfavoráveis (Erdem et al., 2014).

Mantani et al. (2014) realizaram um estudo para avaliar resistência de união ao cisalhamento entre a zircônia YTZ-P e cerâmica de cobertura com o uso do laser Er:YAG, e abrasionamento com óxido de alumínio e não observaram diferenças estatísticas entre os valores de resistência de união. Contudo, o grupo laser apresentou melhores resultados quando comparado ao grupo controle que possuía apenas zircônia YTZ-P e cerâmica de cobertura. Os resultados são semelhantes ao do presente estudo em que se encontra diferenças estatísticas entre os grupos G1 e G4. Isso indica que o uso do laser para condicionamento mecânico na superfície da YTZ-P é eficiente como pode ser observado em diversos estudos (Akyil et al., 2010; Erdem et al., 2014; Mantani et al., 2014).

Para a melhor interpretação dos resultados fez-se a análise superficial da zircônia sinterizada antes e após a irradiação por meio de microscopia eletrônica de varredura. As alterações de superfície podem ser notadas nas figuras 9 A e B. Observou-se que a irradiação da zircônia com o laser de Er,Cr:YSGG foi capaz de asperizar superficialmente a cerâmica, tornando-a mais rugosa do que o substrato não irradiado. As imagens registradas através da microscopia eletrônica de varredura mostram claramente as alterações provocadas pela irradiação, sugerindo assim, ser um dos fatores que levou a obtenção de valores mais elevados de resistência de união nos grupos G4, G5 e G6.

No presente estudo, verificou-se que modificações topográficas promovidas pelo laser de Er,Cr:YSGG na zircônia submetida à irradiação, assim como pode ser observado nos trabalhos de Kara et al. (2011) e Subasi, İnan (2012) que promoveram alterações de superfície em YTZ-P jateados. Assim, comprovadamente

superfícies com irregularidades são mais propícias para o bom molhamento do agente de união e melhorar a adesão.

Além disso, os resultados do presente estudo apresentaram um aumento de resistência de união quando utilizado o laser como tratamento de superfície associado ao ZirLiner, demonstrando um efeito sinérgico, com aumento de 45% da resistência de união, fato que não ocorreu com Heraceram. Tais resultados podem ser justificados pela afinidade dos óxidos SiO_2 , óxido de silício; MgO : óxido de magnésio; Al_2O_3 , óxido de alumínio e principalmente óxido de zircônio ZrO_2 : presentes no Zir Liner (Wattanasirmkit et al., 2015).

Em relação a metodologia utilizada, os testes mais comumente empregados para avaliar as interfaces entre zircônia e cerâmica de cobertura são cisalhamento, tração e resistência flexural. Contudo, o uso de testes com menor interface adesiva, como o microcisalhamento, pode proporcionar um melhor entendimento uma vez que limita a área de atuação. Tais métodos já utilizados para avaliar a resistência de união podem gerar dúvidas por apresentarem peculiaridades na técnica, que podem causar danos estruturais associados a um ponto de fratura e delaminação (Mosharraf et al., 2011).

O estudo de Soderholm et al. (2010) concluiu que espécimes testados por tração mecânica apresentam, em sua maioria, padrão de falha de modo adesivo, enquanto que os espécimes testados por cisalhamento apresentam, geralmente, padrão de falha coesivas.

Portanto, tais testes podem ser considerados na análise de interface, onde observa-se uma dualidade nos resultados o que talvez não represente o real objetivo da avaliação não estabelecendo o real mecanismo clinicamente observado (Kotousov et al., 2011). No presente trabalho, os cilindros de cerâmica de cobertura apresentaram falhas pré-teste após a termociclagem ou previamente ao teste de microcisalhamento e estão dispostos na tabela 2, as falhas aconteceram em todos os grupos efeito que possivelmente foi potencializado pela ciclagem térmica o que é um diferencial no presente estudo.

Kim et al. (2011) sugerem que contração e expansão que ocorrem com estes durante todo o ensaio e procedimentos laboratoriais repetidos resultam em força de ligação variável, isso pode justificar tais resultados, contudo, o grupo que apresentou maior número de pré falhas foi o G3, mais de 50% de falha. Além disso, as falhas após o teste foram classificadas como falhas adesivas e coesivas. A maior porção

de falhas adesivas aconteceu no grupo G1 seguido pelo grupo G5 (Gráfico 1). Este é um dado importante ao qual poucos trabalhos têm analisado. Em relação às falhas resultantes dos testes de microcisalhamento, o padrão de fratura do tipo adesivo foi predominante na maioria dos grupos avaliados, o que não foi observado por Ozkurt et al. (2010) que fizeram o uso de cisalhamento e obtiveram o maior número de falhas do tipo coesivas como resultado.

Contudo, devemos considerar a diferença da atuação de forças nos testes de cisalhamento e microcisalhamento, no teste usado no presente estudo devido à menor relação interfacial de união e maior tenacidade à fratura da zircônia e cerâmica de cobertura o início da falha pode ter se iniciado no *liner* que se encontra com maior susceptibilidade a fratura por conta da variação do coeficiente de expansão térmica e condutibilidade térmica muito divergente da zircônia e cerâmica de cobertura (Yamamoto, 1985. Wataha et al., 2002; Kler et al., 2007. Bonfante et al., 2010).

Para justificar o comportamento da adesão entre o substrato de zircônia e cerâmica podemos considerar a existência de três tipos forças de resistência de união: união química, união por retenção micromecânica e união por tensão de compressão (Yamamoto, 1985).

A união química ocorre entre a camada de óxidos presentes na superfície metálica e a cerâmica, contudo a zircônia não possui camada de óxidos deixando essa união totalmente dependente do *liner* aplicado; a união micromecânica ocorre devido ao tipo de tratamento realizado na superfície com a finalidade de aumentar o contato íntimo com esta superfície. No presente estudo tivemos dois fatores que podem ter contribuído o uso da broca para a padronização de superfície em todos os grupos e o uso do laser; e a união por tensão de compressão ocorre durante o resfriamento da cerâmica sobre a estrutura, quando não existe a camada de óxidos a resistência de união por compressão se torna o mecanismo de união mais importante (Yamamoto, 1985), no entanto ele se apresenta minimizado no presente estudo pelas dimensões do teste de microcisalhamento.

Embora estudos analisem de forma fragmentada diferentes materiais que compõem a interface de união ou mesmo as técnicas de condicionamento, é prudente considerar todos os aspectos envolvidos durante confecção de uma peça protética. O que se observou neste trabalho, mesmo com limitações, foi a importância da associação de um condicionamento mecânico para uma resistência

de união mais estável entre a Y-TZP e cerâmica de cobertura. Todavia, ainda se faz necessário compreender melhor as particularidades da zircônia e sua interação com outros substratos a fim de tratar adequadamente sua superfície.

A substituição total da restauração quando sofre delaminação muitas vezes é inevitável, o que gera um problema clínico, estético, biológico e econômico principalmente quando a prótese está bem adaptada e a fratura é extensa (Özcan 2015). Com isso, pode-se lançar mão de reparar a superfície da cerâmica fraturada ou delaminada intra oralmente com resina composta fotopolimerizável ou polimento sequencial com pontas abrasivas, protelando a substituição da peça protética.

O sucesso clínico desta técnica com resina fotopolimerizável dependerá de uma efetiva união entre a resina composta e a cerâmica de cobertura, sendo necessário para isso realizar tratamentos mecânicos e químicos na superfície da cerâmica fraturada que não apresentam consenso na literatura. A fenda pode ser minimizada com uma sequência de polimentos, mas isso pode desencadear gatilhos para novos pontos desencadeadores de fraturas (Haselton et al., 2001; Özcan 2015).

A associação do uso do laser e *liner* pode ser benéfico para aumentar a longevidade das restaurações com substratos de YTZ-P, sendo um benefício clínico e biológico para o paciente.

Os estudos a respeito dos tratamentos de superfície para adesão de cerâmicas de cobertura e Y-TZP mostram que protocolos com melhor previsibilidade e durabilidade ainda não estão estabelecidos.

Nenhum dos testes previamente apresentados na literatura podem ser considerados como testes de precisão, para medir exatamente a resistência de união do sistema cerâmico. Embora ensaios laboratoriais ofereçam algumas orientações, é pertinente avaliar outras associações de técnicas mecânicas de condicionamento, o uso dos *liners* e procedimentos que promovam uma interface mais resistente e duradoura. Estudos clínicos longitudinais devem ser igualmente incentivados para complementar os resultados obtidos no laboratório.

7. CONCLUSÕES

Dentro das limitações do presente estudo, os dados obtidos demonstram que o tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG, previamente à injeção aumentou a resistência de união entre a zircônia Y-TZP e a cerâmica de cobertura nas amostras irradiadas. O uso do liner ZirLiner associado ao laser de Er,Cr:YSGG proporcionou maiores valores de resistência de união. O uso isolado dos liners não alterou a resistência de união entre zircônia Y-TZP e a cerâmica de cobertura.

Os padrões de falha foram predominantemente adesivos e a associação do laser com o *liner* (Heraceram) apresentou maior número de falha coesiva em cerâmica de cobertura.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Aboushelib MN, De Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered allceramic restorations. *Dent Mater* 2005;21:

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer, AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J.Prostodont.* 2008 17(5),401–408.

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.

Aras, WMF, Barroso, JSM, Blay A, Rodrigues, JA, Cassoni A. Er,Cr:YSGG laser irradiation influence on Y-TZP bond strength of resin cement. *Ceramic Int.* 2015, v. 42, p. 13790-5.

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

Bonfante EA, Rafferty B, Zavanelli RA, Silva NR, Rekow ED, Thompson VP, et al. Thermal/mechanical simulation and laboratory fatigue testing of an alternative yttria tetragonal zirconia polycrystal core-veneer all-ceramic layered crown design. *Eur J Oral Sci* 2010;118:202-9.

Borges GA, Caldas D, Taskonak B, Yan J, Sobrinho LC, de Oliveira WJ. Fracture loads of all-ceramic crowns under wet and dry fatigue conditions. *J Prosthodont* 2009;18:649-55.

Borges GA, Spohr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC. História e atualidade das cerâmicas odontológicas. *Rev ABO Nac.* 2001;9(2):112-7.

Brodbelt RHW, O'Brien WJ, Fan PL. Translucency of dental porcelains. *J Dent Res.* 1980;59(1):70-5.

Casellas D, Cumbreira FL, Sanchez-Bajo F, Forsling W, Llanes L, Anglada M. On the transformation toughening of Y-ZrO₂ ceramics with mixed Y-TZP/PSZ microstructures. *J Eur Ceram Soc* 2001;21:765-77.

Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009 May-Jun;34(3):280-7.

Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomater* 2006;27:535-43.

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

de Kler M, de Jager N, Meegdes M, van der Zel JM. Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J Oral Rehabil* 2007;34:841-7.

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

Durand JC, Jacquot B, Salehi H, Fages M, Margerit J, Cuisinier FJ. Confocal Raman microscopic analysis of the zirconia/feldspathic ceramic interface. *Dent Mater*. 2012 Jun;28(6):661-71.

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.

Filser F, Kocher P, Weibel F, Luthy H, Scharer P, Gauckler LJ. Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *Int J Comput Dent* 2001;4:89-106.

Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J* 2008;27:448-54.

Fischer J, Stawarczyk B, Hämmerle CH. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent*. 2008 May;36(5):316-21

Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hammerle CH. Shear bond strength between veneering ceramics and ceria stabilized zirconia/alumina. *J.Prosthet.Dent*. 2010; 103(5),267–274.

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, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004b Jun;20(5):449-56.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater*. 2004a Jun;20(5):441-8.

Guzzato, M. et I. Strength, reliability and more mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials*, v.25, p.5045-52, 2004.

Harding AB, Norling BK, Teixeira EC. The effect of surface treatment of the interfacial surface on fatigue-related microtensile bond strength of milled zirconia to veneering porcelain. *J Prosthodont* 2012;21:346-52.

Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT. Shear bond strengths of 2 intraoral repair systems to porcelain or metal substrates. *J Prosthet Dent*. 2001 Nov; 86(5):526-31.

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

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

Kim HJ, Lim HP, Park YJ, Vang MS. Effect of zirconia surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic. *J Prosthet Dent* 2011;105:315-22.

Kirmali O, Kustarci A, Kapdan A, Er K. Efficacy of surface roughness and bond strength of Y-TZP zirconia after various pre-treatments. *Photomed Laser Surg*. 2015 Jan;33(1):15-21

Komine F, Saito A, Kobayashi K, Koizuka M, Koizumi H, Matsumura H. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *J Oral Sci* 2010;52:647-52.

Kotousov A, Kahler B, Swain M. Analysis of interfacial fracture in dental restorations. *Dent Mater* 2011;27:1094-101.

Kursoglu P, Motro PF, Yurdaguvan H: Shear bond strength of resin cement to an acid etched and a laser irradiated ceramic surface. *J Adv Prosthodont* 2013;5:98-103

Lan TH, Liu PH, Chou MM, Lee HE. Fracture resistance of monolithic zirconia crowns with different occlusal thicknesses in implant prostheses. *J Prosthet Dent*. 2016 Jan;115(1):76-83.

Luthardt RG, Holzhueter 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.

Matani JD, Kheur M, Jambhekar SS, Bhargava P, Londhe A Evaluation of experimental coating to improve the zirconia-veneering ceramic bond strength. *J Prosthodont*. 2014 Dec;23(8):626-33.

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.

Mosharraf R, Rismanchian M, Savabi O, Ashtiani AH. Influence of surface modification techniques on shear bond strength between different zirconia cores and veneering ceramics. *J Adv Prosthodont* 2011;3:221-8.

Ozkurt Z, Kazazoglu E, Unal A. In vitro evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zirconia. *Dent Mater J*. 2010 Mar;29(2):138-46.

Özcan M. Intraoral repair protocol for chipping or fracture of veneering ceramic in zirconia fixed dental prostheses. *J Adhes Dent*. 2015 Apr;17(2):189-90.

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

Ramos CM, Cesar PF, Lia Mondelli RF, Tabata AS, de Souza Santos J, Sanches Borges AF. Bond strength and Raman analysis of the zirconia-feldspathic porcelain interface. *J Prosthet Dent*. 2014 Oct;112(4):886-94

Ramos CM, Tabata AS, Cesar PF, Rubo JH, Fracisconi PA, Sanches Borges AF. Application of Micro-Raman Spectroscopy to the Study of Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal (Y-TZP) Phase Transformation. *Appl Spectrosc*. 2015 Jul;69(7):810-4.

Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2012 Mar;107(3):170-7.

Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hammerle CHF. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *International Journal of Prosthodontics* 2007;20:383–8.

Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater*. 2015 Jun;31(6):603-23.

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.

Soderholm KJ. Review of the fracture toughness approach. *Dent Mater* 2010;26:e63-77.

Sorrentino R, De Simone G, Tetè S, Russo S, Zarone F. Five-year prospective clinical study of posterior three-unit zirconia-based fixed dental prostheses. *Clin Oral Investig*. 2012 Jun;16(3):977-85.

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

Tada K, Sato T, Yoshinari M. Influence of surface treatment on bond strength of veneering ceramics fused to zirconia. *Dent Mater J* 2012;31:287-96.

Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):71-82.

Tinschert J, Schulze KA, Natt G, Latzke P, Heussen N, Spiekermann H. Clinical behavior of zirconia-based fixed partial dentures made of DC-Zirkon: 3-year results. *Int J Prosthodont* 2008;21:217-22.

Tinschert, J. et al. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*, v.28, p.529-35, 2000.

Usumez A, Aykent F: Bond strengths of porcelain laminate veneers to tooth surfaces prepared with acid and Er,Cr:YSGG laser etching. *J Prosthet Dent* 2003;90:24-30

Wattanasirmit K, Srimaneepong V, Kanchanatawewat K, Monmaturapoj N, Thunyakitpisal P, Jinawath S. Improving shear bond strength between feldspathic porcelain and zirconia substructure with lithium disilicate glass-ceramic liner. *Dent Mater J*. 2015;34(3):302-9.

Yamamoto, M. *Metal-Ceramic Principles and Methods of Makoto Yamamoto*. Chicago: Quintessence, 1985.

Yilmas, H,; Aydin, C.; Gul, B. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prost Dent*, v. 98, n. 2, p. 120-28, 2007.

Yoon HI, Yeo IS, Yi YJ, Kim SH, Lee JB, Han JS. Effect of various intermediate ceramic layers on the interfacial stability of zirconia core and veneering ceramics. *Acta Odontol Scand*. 2015;73(7):488-95

Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: clinical and experimental considerations. *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):83-96.