

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

ARTHUR CHAVES SIMÕES

**EFEITOS DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÁCIDO FLUORÍDRICO E
DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À
ZIRCÔNIA GLAZEADA**

Juiz de Fora

2017

ARTHUR CHAVES SIMÕES

**EFEITOS DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÁCIDO FLUORÍDRICO E
DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À
ZIRCÔNIA GLAZEADA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Fabíola Pessôa Pereira Leite

Juiz de Fora

2017

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço à Deus pois sem Ele nada disso seria possível.

Aos meus pais Edmar e Selma, que sempre fizeram todo o possível para que eu pudesse transformar os meus sonhos em realidade.

Ao meu irmão Lucas, que nunca vai deixar de ser o meu exemplo de dedicação, e de que todo esforço será recompensado.

À Joanna, que com muito carinho me ajudou nos momentos difíceis dessa caminhada, e com muita paciência soube entender meus momentos de estresse e ausência.

À professora Fabíola Leite, minha orientadora, agradeço pela confiança e oportunidade para obtenção do meu título de mestre.

Ao amigo Jean Soares Miranda, por toda a ajuda, paciência e dedicação em fazer este trabalho dar certo. Agradeço por me receber em São José dos Campos e por sempre me ajudar com as dúvidas que surgiam no caminho.

Ao professor Ronaldo Carvalho, por toda a ajuda com as análises estatística, e pela boa vontade em sempre me ajudar. É uma honra tê-lo em minha banca de dissertação.

Ao professor Rodrigo Othávio Assunção, pela contribuição neste trabalho.

Ao professor João Paulo Machado, do INPE, pela ajuda na realização deste trabalho.

Aos professores Júlio Brigolini e Leonardo Costa, por terem feito parte da minha banca de qualificação e pelos conselhos valiosos naquela oportunidade.

Ao professor Rodrigo Carvalho, é uma honra tê-lo em minha banca de dissertação.

Aos professores e amigos, Rodrigo Guerra, Leonardo Picinini e Maurício Barbosa, agradeço os conselhos sempre valiosos, e as oportunidades concedidas. Por vezes vocês foram minha motivação e ponto de equilíbrio.

À professora Ana Paula Ferreira, pelos valiosos conselhos e pelo carinho nessa caminhada.

À Faculdade de Odontologia da UFJF em nome da diretora Maria das Graças Afonso Miranda Chaves.

Ao PPG em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da UFJF, em nome do Coordenador Antônio Márcio Resende do Carmo.

Aos funcionários da secretaria, Wanessa, Cláudio e Letícia, por toda a disponibilidade e paciência.

Ao senhor Silvério, responsável pelo Laboratório de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da UFJF.

Ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, em nome de João Paulo Machado.

Ao Laboratório de Pesquisa de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, UNESP.

Aos amigos e colegas de mestrado, em especial ao Breno, ao Felipe e ao Rafael, pela amizade e reciprocidade nesses dois anos.

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo, avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico nas concentrações de 5% e 10%, sobre a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP vitrificada e um cimento resinoso. Blocos pré-sinterizados de cerâmica Y-TZP (IPS e.max® ZirCAD – Ivoclar Vivadent) foram cortados para obtenção de 70 blocos, sendo que cada pastilha recebeu dois corpos de prova. Previamente à sinterização, os blocos foram regularizados com lixas d'água de granulação #180, #600 e #1200. Eles foram então divididos aleatoriamente em sete grupos, sendo um o grupo controle no qual foi realizada a silicatização com Rocatec Soft e um grupo no qual os blocos receberam uma camada de glaze spray Vita Akzent Plus, e foram condicionada com o ácido fluorídrico (Condac Porcelana) por 5, 10 ou 20 segundos na superfície destinada à adesão. Para cimentação foi utilizado o agente de união Relyx Ceramic Primer e um cimento resinoso dual (Relyx ARC). Em cada bloco foram obtidas duas colunas de cimento, totalizando 20 amostras por grupo. Após 5000 ciclos de termociclagem, o teste de cisalhamento foi realizado (EMIC, DL 2000), a resistência de união foi registrada e utilizada para cálculo da resistência adesiva. Além disso, a análise de falha também foi realizada em todas as amostras com um estereomicroscópio (Stemi 2000-C), revelando 100% de falhas adesivas. Para avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência de união, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (Kruskal-Wallis), após ser considerada a distribuição dos resíduos, foi determinado que os dados originais não propiciaram um adequado ajuste, pois os dados não se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade. O teste Kruskal-Wallis revelou que houve um efeito de interação significativa, o que indica que houve alteração da resistência de união em razão do tratamento de superfície ($p \text{ valor}=0,001$).

Palavras chave: Zirconia, vitrificação, adesão, Y-TZP.

ABSTRACT

The objective of the present study was to evaluate the influence of the conditioning time with 5% and 10% hydrofluoric acid on the bond strength between a vitrified Y-TZP ceramic and a resin cement. Pre-sintered ceramic blocks Y-TZP (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar Vivadent) were cut to obtain 70 blocks, with each insert received two samples. Prior to sintering, the blocks were regularized with grit silicon carbide papers #180, #600 and #1200. They were then divided randomly into seven groups, one being the control group in which the silicatization was performed with Rocatec Soft and a group in which the blocks received a layer of Vita Akzent Plus glaze spray, and were conditioned with hydrofluoric acid (Condac Porcelana) at a concentration of 5% and 10% for 5, 10 or 20 seconds on the adhesion surface. For cementation, Relyx Ceramic Primer and a dual resin cement (Relyx ARC) were used. In each block two cement columns were obtained, totaling 20 samples per group. After 5000 cycles of thermocycling, the shear test was performed (EMIC, DL 2000), bond strength was recorded and used to calculate the adhesive strength. In addition, failure analysis was also performed on all samples with a stereomicroscope (Stemi 2000-C), revealing 100% adhesive failures. In order to evaluate the influence of the surface treatment on the bond strength, the data obtained in this study were submitted to the statistical analysis of variance (Kruskal-Wallis test), after considering the distribution of residues, it was determined that the original data did not provide an adequate adjustment because the data did not fit a normal probability distribution. The Kruskal-Wallis test revealed that there was significant interaction effect, indicating that there was change in bond strength due to surface treatment (p value = 0.001).

Key words: Zirconia, glaze, adhesion, Y-TZP.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Pastilha E.max® ZirCAD sendo fresada

Figura 2: Amostra cerâmica cortada e regularizada

Figura 3: Equipamento para padronização da aplicação de Rocatec® Soft

Figura 4: Vitrificação da cerâmica Y-TZP

Figura 5: Blocos vitrificados sendo incluídos em resina acrílica para o condicionamento com ácido fluorídrico

Figura 6: Spray de ar-água aplicado pelo dobro do tempo de condicionamento ácido

Figura 7: Amostra preparada para cimentação

Figura 8: Inserção do cimento no interior do tygon

Figura 9: Remoção do tygon

Figura 10: Corpos de prova

Figura 11: Amostras prontas para realização do microcissalhamento

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Nomes comerciais, tipo de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados no experimentos

LISTA DE ABREVIATURAS

°C	Unidade de temperatura (graus Celsius)
HF	Ácido Fluorídrico
KgF	Unidade de força (quilograma força)
MDP	Metacriloxidecil di-hidrogênio fostato
Min	Minutos
Mm	Unidade de comprimento (milímetro)
MPa	Unidade de resistência em geral – força / área (megapascal)
N	Unidade de força (Newtons)
S	Segundos
Y₂O₃	Óxido de ítrio
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio
%	Porcentagem

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	PROPOSIÇÃO	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS	14
3.1	Material Utilizado	14
3.2	Secção das Amostras	15
3.3	Distribuição da Amostra	17
3.4	Cimentação das Amostras	19
3.5	Ciclos Térmicos	23
3.6	Teste de Resistência ao Microcisalhamento	23
3.7	Análise do Modo de Falha	24
3.8	Perfilometria	24
3.9	Análise Estatística	25
4	ARTIGO	26
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	49
6	REFERÊNCIAS	50

1 INTRODUÇÃO

Com o advento da odontologia adesiva, as cerâmicas odontológicas são cada vez mais utilizadas como materiais restauradores estéticos, não apenas por apresentarem propriedades estéticas favoráveis, mas também propriedades mecânicas satisfatórias, como alta resistência à compressão, além de serem materiais biocompatíveis e que apresentam estabilidade química, baixa condutibilidade elétrica, translucidez e fluorescência (ALSADON et al., 2017; AKAZAWA et al., 2017; PEIXOTO e AKAKI 2008; POROJAN et al., 2017).

Comparado às próteses metalocerâmicas, as restaurações totalmente cerâmicas proporcionam uma nova filosofia na odontologia estética, devido às próteses metalocerâmicas apresentarem limitações quanto à translucidez, podendo apresentar aspecto escuro e opaco, dificultando a mimetização com a dentição natural, e em alguns casos, exposição da infra estrutura metálica devido à recessão gengival (CHAIYABUR et al., 2008; CHIRSTENSEN, 2009; MARTINS et al., 2010).

A zircônia é instável em temperatura ambiente, e para manter a estrutura tetragonal da zircônia, necessita-se de óxidos estabilizadores como o Y₂O₃ (óxido de ítro), tornando-a uma cerâmica de zircônia tetragonal estabilizada com ítrio (Y-TZP), atingindo resistência à flexão de 900-1200 MPa (ALKURT, YESIL DUYMUS e GUNDOGLU, 2016; CASSONI et al., 2013; CORRAZA et al., 2015; GUERRA et al., 2007; LEE et al., 2016). Além da alta resistência à flexão, apresenta também alta resistência mecânica, tenacidade à fratura, biocompatibilidade, baixa condutividade térmica, elevada estabilidade química e resistência à corrosão, tornando-a um material de escolha para reabilitações orais (ALSADON et al., 2017; AKAZAWA et al., 2017; POROJAN et al., 2017; GUERRA e al., 2007; OZCAN, 2014; AMARAL et al., 2014; CAVALCANTI et al., 2009; GARGAVA e RAM, 2013; IWASAKI et al., 2016; MARTINS et al., 2015; OZCAN e BERNASCONI, 2015; PEKKAN et al., 2016; PEREIRA et al., 2015; TRAINI et al., 2016).

O procedimento de união entre a cerâmica odontológica e a estrutura dental é um dos fatores decisivos para se conseguir longevidade da

restauração (CAVALCANTI et al., 2009; ATTIA, 2010; ATTIA, 2011; NTALA et al 2010). Porém ainda não existe um consenso quanto ao protocolo para cimentação de restaurações em zircônia (FEITOSA et al., 2015), pois o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e silanização, que são passos obrigatórios para alcançar a fixação de peças cerâmicas, apresentam efeitos insatisfatórios sobre a zircônia, devido ao fato de esse material ser altamente cristalino, sem uma fase vítrea (MARTINS et al., 2015; ATTIA, 2011; ARAI et al., 2017; MOEZZIZADEH, NOJEDEHIAN e VALIZADEH HAGHI, 2017).

Com o objetivo de alcançar uma união duradoura entre cimento resinoso e a zircônia, métodos de tratamento de superfície são necessários para gerar micro retenções e/ou união adesiva (OZCAN, 2014; MARTINS et al., 2015; OZCAN, 2015; ATTIA, 2011). Destaca-se o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (silicatização) associado ao emprego de silano, que além de tornar a superfície áspera, ativa quimicamente a zircônia, tornando-a mais receptiva para a ligação química através de agentes de acoplamento de silano (CAVALCANTI et al., 2009; IWAZAKI et al., 2016; ARAI, 2017; ALVES et al., 2016; INOKOSHI et al., 2013). Entretanto, existem preocupações com este tratamento, pois o impacto dessa abrasão pode promover mudanças superficiais a longo prazo, por distorções da rede local de sílica que não se sustenta e/ou devido à emergência de uma nova fase gerando estresse e formando fendas laterais (OZCAN, 2014; IWASAKI et al., 2016; ARAI et al., 2017; ANAMI et al., 2015; MELO et al., 2015). Assim, a utilização de método sem abrasão tem sido proposta, tais como a aplicação de uma fina camada de glaze e/ou o uso de primers universais na superfície de cimentação da zircônia (PEREIRA et al., 2015; MOEZZIZADEH, NOJEDEHIAN e VALIZADEH HAGHI, 2017; RIPPE et al., 2015; TANIS, AKAI e KARAKI, 2015).

A modificação de superfície de cerâmica Y-TZP via vitrificação (aplicação de uma fina camada de vidro de baixa fusão), torna a superfície rica em óxidos de silício e permite que o ácido fluorídrico, que ataca seletivamente a fase vítrea do material cerâmico, altere sua topografia, proporcionando sítios de interligação mecânica, para imbricação do cimento na cerâmica antes da polimerização. Além disso, ocorre um aumento da energia de superfície da cerâmica e consequente melhora de seu potencial

adesivo (AMARAL et al., 2014; MARTINS et al., 2015; NTALA et al., 2010; MOEZZIZADEH, NOJEDEHIAN e VALIZADEH HAGHI, 2017; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014; AKAR et al., 2014; BOTTINO et al., 2015; LEITE et al., 2013; NAVES et al., 2010).

Os cimentos convencionais podem ser utilizados para cimentação de restaurações em zircônia, porém a cimentação adesiva é preferida no caso de retenção comprometida. Os cimentos resinosos de presa dupla, como o RelyX ARC (3M ESPE – EUA) apresentam resistência de união adequada e maiores valores de dureza que os de ativação química (ATTIA, 2011; MOEZZIZADEH, NOJEDEHIAN e VALIZADEH HAGHI, 2017; RIPPE et al., 2015; ABO-HAMAR et al., 2005; FONSECA, CRUZ e ADABO, 2004).

A vitrificação da superfície Y-TZP, seguida por condicionamento com ácido fluorídrico é promissora (MOEZZIZADEH, NOJEDEHIAN e VALIZADEH HAGHI, 2017; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014). Entretanto, o tempo de condicionamento e a concentração de ácido fluorídrico devem ser melhor estudados, para desta forma estabelecer um protocolo seguro de cimentação de cerâmica Y-TZP vitrificadas, proporcionando maior longevidade clínica para estas restaurações. Não foram utilizados cimentos resinosos contendo MDP em sua formulação, para que não houvesse interferência do mesmo na força de união.

2 PROPOSIÇÃO

Avaliar diferentes protocolos de tratamento de superfície, quanto à concentração e ao tempo de condicionamento com ácido fluorídrico, para cimentação da cerâmica Y-TZP (IPS E.max® ZirCAD (Ivoclar Vivadent, EUA)) quando glazeada por spray (Vita Zahnfabrik, Alemanha).

Objetivos específicos:

- ✓ Comparar a resistência de união, por meio de teste de microcissalhamento, dos diferentes grupos de tratamento com glaze spray (Vita Zahnfabrik, Alemanha), com diferentes tempos e concentrações de condicionamento ácido, e com Rocatec® Soft (3M ESPE, EUA);

- ✓ Analisar, com perfilometria, a cerâmica para ilustrar as características superficiais e morfológicas ao final dos diferentes tratamentos, comparando a rugosidade da superfície das cerâmicas após o tratamento com o glaze (Vita Zahnfabrik, Alemanha) e o Rocatec® Soft (3M ESPE, EUA) e, assim também, classificar seu modo de falha.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material Utilizado:

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 1).

Marca Comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote
Cerâmica IPS e.max® ZirCAD	Cerâmica Y-TZP	Ivoclar- Vivadent/ Schaan, Liechtestein	M24091
JET	Resina Acrílica Autopolimerizável	Clássico, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil	260515
Relyx ARC	Cimento Resinoso	3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil	1622100479
Vita Akzent® Plus	Glaze Spray	Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha	A0764
Rocatec Soft	Óxido de Sílica	3M ESPE, St, Paul, Minnessota, EUA	1511007637

Condac Porcelana	Ácido Fluorídrico 5%	FGM, Pinheiros, SP, Brasil	310316
Condac Porcelana	Ácido Fluorídrico 10%	FGM, Pinheiros, SP, Brasil	250215
Relyx Ceramic Primer	Silano	3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil	70201024927

Tabela 1: Nomes comerciais, tipo de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

3.2 Secção das Amostras:

Quatorze blocos de cerâmica Y-TZP foram cortados com dimensão padrão de 15x15x2mm (largura, comprimento e espessura respectivamente) com um disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA) para obtenção de setenta amostras (Figura 1). Os dois lados das amostras foram regularizados manualmente com lixas d'água de granulação #180 e #600, e receberam acabamento, com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint- Gobain, São Paulo, Brasil), antes de serem sinterizadas (Figura 2).



Figura 1 – Pastilha e.max® ZirCAD sendo fresada



Figura 2 – Amostra cerâmica cortada e regularizada.

Previamente à sinterização as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) em álcool isopropílico durante oito minutos. As amostras foram sinterizadas em forno Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, Alemanha) sob temperatura de 1530°C durante 120 minutos. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou oito horas. As dimensões finais das amostras são de 12x12x1,2mm.

3.3 Distribuição da Amostra:

Os blocos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em 7 grupos, de acordo com os tratamentos executados na superfície destinada a adesão. No grupo controle, o tratamento de superfície foi realizado através da silicatização triboquímica com Rocatec[®] Soft (3M ESPE, EUA). Os outros grupos tiveram sua superfície tratada através da vitrificação com glaze spray (Vita Zahnfabrik, Alemanha) em duas camadas. O condicionamento com ácido fluorídrico (FGM, Brasil), foi realizado nos grupos tratados por vitrificação, e duas concentrações foram empregadas, 5 e 10%, durante os tempos de 5, 10 e 20 segundos.

Grupo 1: Rocatec[®] Soft (3M ESPE, EUA) - Rocatec

Grupo 2: 2 camadas de glaze + HF 5% + 5 segundos – 2cam/5%/5s

Grupo 3: 2 camadas de glaze + HF 5% + 10 segundos – 2cam/5%/10s

Grupo 4: 2 camadas de glaze + HF 5% + 20 segundos – 2cam/5%/20s

Grupo 6: 2 camadas de glaze + HF 10% + 5 segundos – 2cam/10%/5s

Grupo 6: 2 camadas de glaze + HF 10% + 10 segundos – 2cam/10%/10s

Grupo 7: 2 camadas de glaze + HF 10% + 20 segundos – 2cam/10%/20s

Os blocos do grupo 1 tiveram as superfícies internas jateadas com partículas de óxido de alumínio (Al₂O₃) revestidas por sílica de 30 µm (silicatização), utilizando um aparelho específico (Dento-PrepTM, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10mm e a incidência das partículas foi na inclinação de 45°. A pressão exercida foi de 2.8 bar por 15s. Em seguida, o silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante (Figura 3).



Figura 3 – Equipamento para padronização da aplicação do Rocatec Soft

Nos grupos 2 - 7, foi aplicado nas superfícies o Glaze Spray VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, Alemanha), borrifado a uma distância média padronizada de 5cm da superfície cerâmica por 3 segundos, tempo suficiente para que a superfície estivesse completamente coberta (Figura 4). Em seguida, as amostras foram levadas ao forno VITA VACUMAT 6000 MP (VITA Zahnfabrik, Alemanha) para o processo de queima do glaze. Esse processo foi realizado duas vezes, sendo que a segunda aplicação de glaze ocorreu após a sinterização da primeira camada. Após, essa superfície foi condicionada com HF à 5 ou 10% (FGM, Brasil) por diferentes intervalos, de acordo com seu grupo, e lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) por 5 min em água destilada, com a superfície tratada voltada para baixo, para remoção do precipitado ácido.



Figura 4 –Vitrificação da cerâmica Y-TZP

3.4 Cimentação das Amostras:

Cada superfície foi condicionada com HF à 5 ou 10% (Condac Porcelana FGM, Pinheiros, SP, Brasil) por diferentes intervalos de tempo, de acordo com seu grupo, e lavada com spray de ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento (Figura 6). Os blocos foram novamente limpos em banho sônico por 5 min em água destilada, para remoção do precipitado ácido.

Sobre esses blocos cerâmicos, já fixados no cilindro de resina acrílica, foi aplicado o agente de união RelyX Ceramic Primer (3M ESPE®, EUA) com auxílio de microbrush de forma ativa por 60s, deixando agir por 20s e foi aplicado leve jato de ar por 5s.

Logo após, foram posicionadas duas matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, Flórida, EUA) de 3mm de diâmetro interno por 3mm de altura, totalizando 20 amostras por grupo. Essas matrizes foram fixadas com cera sete (Wilson Polidental Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 7), derretidas por um gotejador elétrico (Kota, São Paulo, São Paulo, Brasil).

Em seguida, o cimento resinoso dual RelyX[®] ARC (3M ESPE, EUA), foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido dentro da matriz com o auxílio de uma seringa centrix (ponta accudose agulha) (Polidental Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 8). A fotopolimerização foi realizada com o Valo[®] (Ultradent, South Jordan, EUA), em cada face do tygon, com intensidade de 1400mW/cm e tempo de polimerização de 40 segundos em cada face.

Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24 horas. Passado esse tempo, as matrizes foram removidas com o auxílio de lâminas de bisturi número 12 (Figura 9), repetiu-se a fotopolimerização, e dessa maneira, os corpos de prova do estudo forma obtidos (Figura 10).

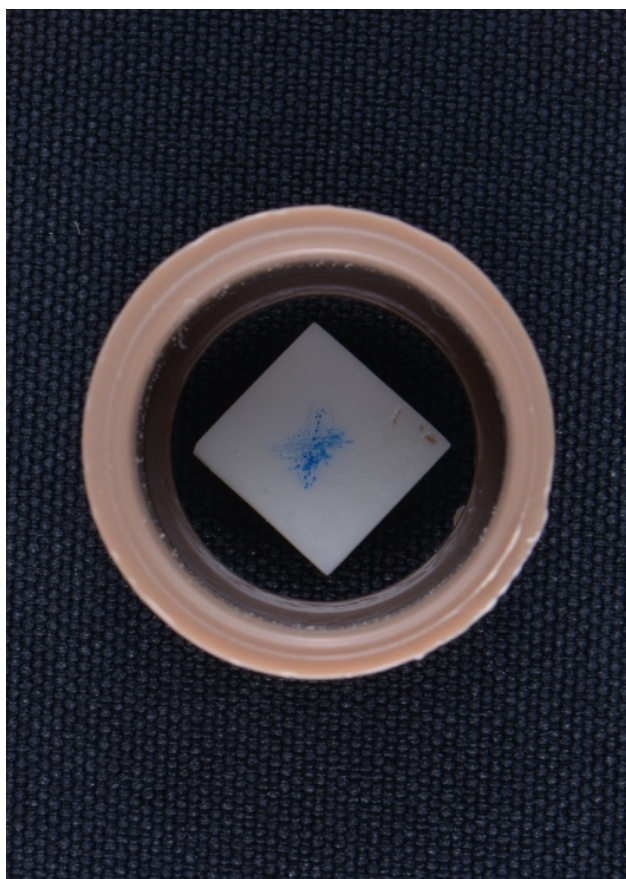


Figura 5 – Blocos vitrificados sendo incluídos em resina acrílica para o condicionamento com ácido fluorídrico



Figura 6 – Spray de ar-água aplicado pelo dobro do tempo de condicionamento ácido

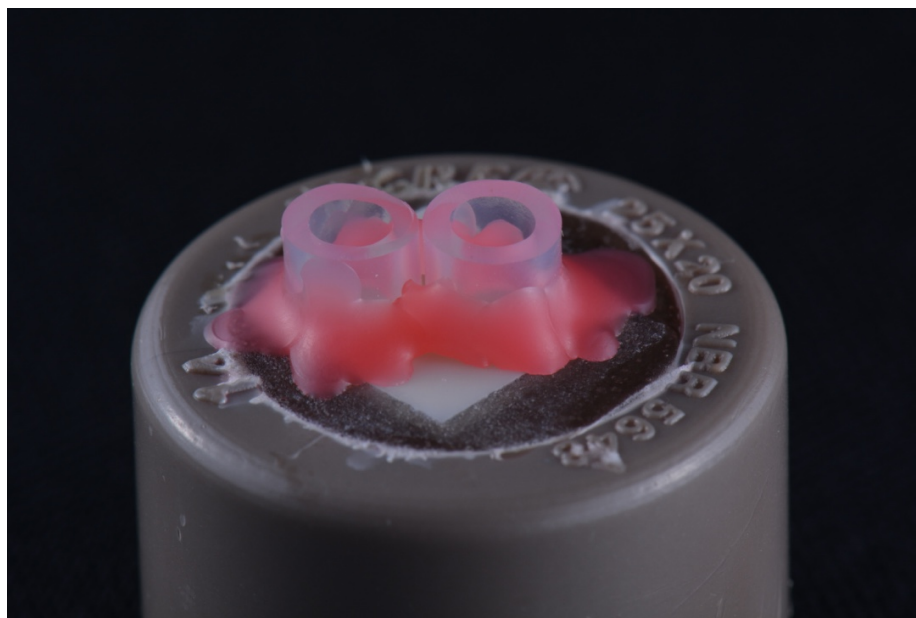


Figura 7 – Amostras preparadas para cimentação



Figura 8 – Inserção do cimento resinoso no interior dos tygons

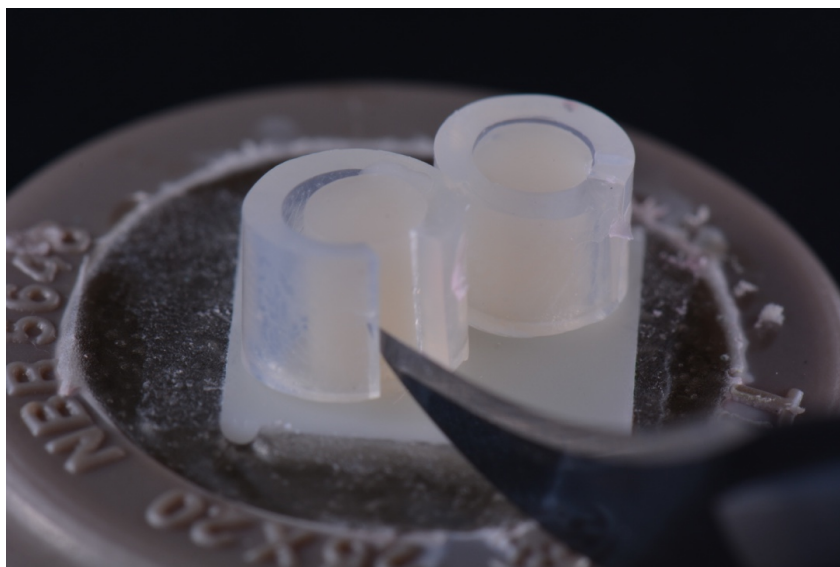


Figura 9 – Remoção do tygon

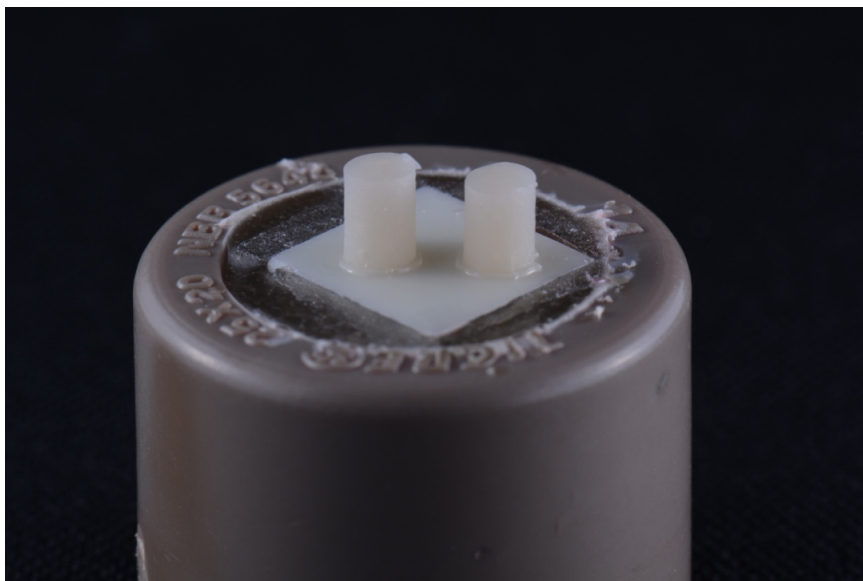


Figura 10 – Corpos de prova

3.5 Ciclos Térmicos:

Cinco mil ciclos numa termocicladora Nova Ética (Nova Ética, São Paulo, SP, Brasil), com temperatura variando de $5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ a $55^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, com 30s de imersão a cada banho foram realizados.

3.6 Teste de Resistência ao Microcisalhamento:

Para o ensaio de microcisalhamento foi utilizado o dispositivo da Odeme Dental Research (Luzerna, Santa Catarina, Brasil) com um fino fio de aço de 0,4 mm de diâmetro que envolveu o cilindro de cimento tracionando, fazendo contato através da metade de sua circunferência, mantido contra a interface cimento/zircônia (Figura 11). A célula de força aplicada para cada espécime, pela Máquina de Ensaio Universal (EMIC, DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná), foi de 20kgf, com velocidade de 0,5 mm/min até a falha ocorrer. A força máxima à fratura foi registrada (em Newton) e utilizada para o cálculo da resistência adesiva. Após a falha, a área adesiva (mm^2) de cada amostra foi mensurada por meio de um paquímetro digital e utilizada para cálculo da resistência adesiva em MPa (N/mm^2).



Figura 11 – Amostras prontas para realização do microcisalhamento

3.7 Análise do Modo de Falha:

Para a análise das estruturas remanescentes dos corpos de prova, após o ensaio mecânico, foi utilizada uma lupa esteriomicroscópica Stemi 2000-C (Karl Zeiss), com aumento de 16X, acoplada a uma câmara digital. Todas as amostras foram analisadas para visualização das superfícies de fratura.

O modo de fratura foi classificado em três tipos diferentes: adesiva (na interface adesivo-cerâmica); mista (fratura que envolve a interface adesiva juntamente com um dos substratos); e coesiva (envolve apenas um dos substratos).

3.8 Perfilometria

Uma amostra adicional de cada grupo foi preparada com o objetivo de avaliar a morfologia de superfície. O perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi conectado a um computador com

software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional-3D) para mensuração da camada residual de glaze pós condicionamento com HF. Foram obtidas 4 micrografias para cada amostra e calculou-se o valor médio da camada de glaze após o condicionamento com HF.

3.9 Análise Estatística:

Para avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência de união, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância Kruskal-Wallis após ser considerada a distribuição dos resíduos.

Os valores resíduos, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas válidas. Foi determinado que os dados originais não proporcionaram um adequado ajuste, pois os dados não se ajustaram a uma distribuição normal de probabilidade. Já para verificar quais os grupos possuem essa diferença fez-se o teste de Dunn.

4 ARTIGO

Enviado para Dental Materials, ISSN: 0109-5641.

Effects of Different Concentrations of Fluoridric Acid and Conditioning Time on the Strength of Glazed Zirconia

Arthur Chaves Simões¹, Breno Fortes Bittar¹, Jean Soares Miranda², Ronaldo Luís Almeida de Carvalho², João Paulo Barros Machado⁴, Rodrigo Othávio de Assunção e Souza³ e Fabíola Pessôa Pereira Leite¹

¹Department of Restorative Dentistry, Federal University of Juiz de Fora (UFJF), Juiz de Fora/MG, Brazil.

²Department of Dental Materials and Prosthodontics, São José dos Campos Dental School, Institute of Science and Technology, UNESP – Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, São Paulo, Brazil.

³Department of Dentistry, Prosthodontics Unit, Federal University of Rio Grande do Norte (UFRN), Natal/RN, Brazil.

⁴Manager of x-ray diffraction laboratory LAS-INPE, São José Dos Campos, SP, Brazil.

Corresponding author:

Arthur Chaves Simões, MSc Student

Address: Rua Moraes e Castro 672 ap. 501, bairro Alto dos Passos, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brazil. CEP: 36025-160,

Phone: +55 32 988716319

e-mail: arthur_b2@hotmail.com

ABSTRACT

Objective: To evaluate the influence of the conditioning time and hydrofluoric acid concentration on the bond strength of a Y-TZP vitrified ceramic and a resin cement.

Method: Y-TZP ceramic blocks (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar Vivadent) were cut to obtain 70 blocks, with each insert receiving two specimens. Prior to sintering, the blocks were regularized with # 180, # 600 and # 1200 grit silicon carbide papers. They were then randomly divided into seven groups, one being the control group in which the silicatization was performed with Rocatec Soft and the other groups received two layers of Vita Akzent Plus glaze spray, and were conditioned with hydrofluoric acid in different concentrations and times. For cementation, Relyx Ceramic Primer and Relyx ARC were used. In each block two cement columns were obtained, totaling 20 samples per group. After 5000 cycles of thermocycling, the shear test was performed (EMIC, DL 2000), bond strength was recorded and used to calculate the adhesive strength.

Results: The values of union strength of the 2cam / 10% / 5s group were higher than the other values of union strength, but this difference was only statistically significant in relation to the 2cam / 5% / 10s group. The whole failures had been adhesive.

Conclusion: the bond strength between a Y-TZP ceramic and a resin cement is influenced by different concentrations of hydrofluoric acid and the time of conditioning.

Keywords: Zirconia, glaze, adhesion, Y-TZP.

4.1 Introduction

With the advent of adhesive dentistry, dental ceramics are increasingly used as aesthetic restorative materials, because they exhibit favorable aesthetic properties, satisfactory mechanical properties, high compressive strength, as well as being biocompatible materials and chemical stability, low electrical conductivity, translucency and fluorescence [1-4].

Compared to metal ceramics, all-ceramic restorations provide a new philosophy in aesthetic dentistry, due to the lack of translucency in the metaloceramics, which may appear dark and opaque, and in some cases, exposition of the metallic structure [5-7].

Zirconia is unstable at room temperature, and to maintain the tetragonal structure of zirconia, stabilizing oxides such as Y_2O_3 (yttrium dioxide) are required, making it a yttrium-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP), reaching flexural strength of 900-1200 Mpa [8-12]. In addition to the high flexural strength, it also presents high mechanical strength, fracture toughness, biocompatibility, low thermal conductivity, high chemical stability and corrosion resistance, making it a material of choice for oral rehabilitations [13-22].

Adhesion between dental ceramics and dental structure is one of the decisive factors for achieving longevity of the restoration [15, 23-25]. However, there is no established protocol for cementation of zirconia restorations [26], since the conditioning with hydrofluoric acid (HF) and silanization, which are mandatory steps to achieve fixation of ceramic pieces,

have unsatisfactory effects on zirconia due to fact that this material is highly crystalline, without a vitreous phase [18, 24, 27-31].

In order to achieve a durable adhesion between resin cement and zirconia, surface treatment methods are required to generate micro retentions and / or adhesive bonding [13,18,19,24]. It is noteworthy the blasting with silica-coated aluminum oxide particles (silicatization) associated with the use of silane, which in addition to making the surface rough, chemically active zirconia, making it more receptive for chemical bonding through coupling agents Of silane [15, 17, 27, 29, 32, 33]. However, there are concerns about this treatment, since the impact of this abrasion can promote long-term surface changes due to distortions of the local silica network that is not sustained and / or due to the emergence of a new phase generating stress and forming side slits [13]. , 17, 27, 34, 35]. Thus, the use of non-abrasion method has been proposed, such as the application of a thin layer of glaze and / or the use of universal primers on the zirconia cementation surface [21,28,36,37].

The Y-TZP ceramic surface modification by vitrification (application of a thin layer of low melting glass) makes the surface rich in silicon oxides and allows hydrofluoric acid, which selectively attacks the vitreous phase of the ceramic material, to change its topography, providing sites of mechanical interconnection, to imbricate the cement in the ceramic before the polymerization. In addition, an increase in the surface energy of the ceramic and consequent improvement of its adhesive potential occurs [14, 18, 25, 28, 31, 38-41].

Conventional cements can be used for cementing zirconia restorations, but adhesive cementation is preferred in the case of compromised retention. Resin bonded cements such as RelyX ARC (3M ESPE - USA) have adequate bond strength and higher hardness values than those of chemical activation [24,28,36,42,43].

The vitrification of the Y-TZP surface, followed by hydrofluoric acid conditioning is promising [28, 31]. However, the conditioning time and the concentration of hydrofluoric acid should be better studied, in order to establish a secure protocol for vitrified Y-TZP ceramic cementation, providing greater clinical longevity for these restorations.

4.2 Materials and Methods

4.2.1 Materials

The materials used are presented in the table below (Table 1).

Trademark	Type og Material	Manufacturer	Lot
Ceramic IPS e max®	Ceramic Y-TZP	Ivoclar-Vivadent/ Schaab, Liechtestein	M24091
ZirCAD			
RelyX ARC	Resin-based cement	3M ESPE, Sumaré, SP, Brazil	1622100479
Vita Akzent® Plus	Glaze Spray	Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Germany	A0764
Rocatec Soft	Silica oxide	3M ESPE, St. Paul, Minnesota, USA	1511007637
Condac Porcelana	Hydrofluoric acid 5%	FGM, Pinheiros, SP, Brazil	310316

Condac Porcelana	Hydrofluoric acid 10%	FGM, Pinheiros, SP, Brasil	250215
RelyX Ceramic Primer	Silane	3M Espe, Sumaré, SP, Brazil	70201024927

4.2.2 Section of the samples

Fourteen Y-TZP ceramic blocks were cut with a standard size of 15x15x2mm (width, length and thickness respectively) with an Extec High Concentration Diamond Cutting Disc (Extec, Enfield - CT, USA) precision cutter (IsoMet® 1000 Precision Saw , Buehler, Lake Buff - IL, USA) to obtain seventy samples. The two sides of the samples were regularized with # 180, # 600 and # 1200 grit silicon carbide papers. Still before sintering, the samples were washed in an ultrasonic bath in isopropyl alcohol for eight minutes.

The sintering was carried out in a Zyrcomat T oven (Vita, Zahnfabrick, Germany) up to the temperature of 1530 ° C. Including heating and cooling time the process lasted eight hours for each cycle. The final dimensions were 12mmx12mmx1,5mm.

4.2.3 Distribution of samples

The ceramic blocks were then randomly distributed into groups (n = 10), one being the control group in which the silicatization (Rocatec) was performed and six test groups were glazed with two layers of glaze spray on the adhesion surface and conditioned with HF at concentrations of 5% and 10%, varying the time of conditioning in 5, 10 and 20 seconds.

The blocks of the RS group (Rocatec® Soft) were separately included in self-cured, colorless acrylic resin by means of a PVC cylinder (5cm in height and 2.2cm in diameter) for sample standardization. The cylinders were placed under a glass plate (flat surface) lubricated with water-soluble gel. In the center of each was inserted a ceramic block, with the surface to be tested in contact with the glass plate. The acrylic resin was then dispensed in the sandy phase. After final polymerization the cylinder was removed from the plate and thus obtained, a sample in acrylic resin with the ceramic block in the center. These blocks were then cleaned with a tissue paper moistened with isopropyl alcohol.

After this process, the blocks were sandblasted with 30µm silica-coated aluminum oxide (Al₂O₃) particles (Rocatec Soft, 3M ESPE, St. Paul, Minnesota, USA). The distance between the ceramic surface and the tip of the appliance was standardized at 10mm with a 45° slope from the tip of the device. Pressure exerted was 2.8 bar for 15 seconds.

In the Glaze Spray groups, Glaze Spray VITA AKZENT Plus sprayed at a standard distance of 5 cm from the ceramic surface, was applied to the surfaces of the blocks, not yet included, for 3 seconds, time required for that the ceramic surface was completely covered. The samples were then taken to the VITA VACUMAT 6000 MP (VITA, Zahnfabrik, Germany) for the glaze firing process. After cooling, the process was repeated, obtaining the two layers of glaze. After the application of the second glaze layer, the ceramic blocks were included in acrylic resin, following the protocol already described.

4.2.4 Cementation of samples

Each surface was conditioned with 5 or 10% hydrofluoric acid for different time intervals, according to its group, and washed with air-water spray for twice the conditioning time. The blocks were again cleaned in sonic bath for 5 min in distilled water to remove the acid precipitate.

On these ceramic blocks, already fixed in the acrylic resin cylinder, the bonding agent RelyX Ceramic Primer was applied with a microbrush aid for 60s, leaving to act for 20s and was applied light air For 5s.

Afterwards, two transparent cylindrical matrices of 3mm internal diameter by 3mm height were positioned, totaling 20 samples per group. These matrices were fixed with wax.

Then, the RelyX® ARC dual resin cement (3M ESPE, USA) was handled following the manufacturer's recommendations and immediately inserted into the matrix with centrix syringe (needle tip). The photopolymerization was performed with Valo® (Ultradent, South Jordan, USA) on each face of the tygon, with an intensity of 1400mW / cm and a polymerization time of 40 seconds on each face.

After cementing, all samples were stored in distilled water at 37°C for 24 hours. After this time, the matrices were removed with the aid of No. 12 scalpel blades, the photopolymerization was repeated, and thus, the specimens of the study were obtained.

4.2.5 Thermal Cycles

Five thousand cycles were performed in a thermocycler (Nova Ética, São Paulo, SP, Brazil), with a temperature ranging from $5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ to $55^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, with 30 seconds of immersion in each bath.

4.2.6 Shear Strength Test

For the shear test the device (Odeme Dental Research, Luzerna, Santa Catarina, Brazil) was used with a steel wire of 0.4mm in diameter that surrounded the cement cylinder, making contact with the half of its circumference, held against The cement / ceramic interface. The shear force applied to each specimen by the Universal Testing Machine (EMIC, DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná, Brazil) was 20KgF, with a speed of 1mm / min until failure occurred. The maximum strength of bond strength was recorded (in KgF) and used for the calculation of the adhesive strength.

4.2.7 Failure mode analysis

For the analysis of the remaining structures of the specimens, after the mechanical test, a 16X magnification Stemi 2000-C (Karl Zeiss) magnifying glass coupled to a digital camera was used. All samples were analyzed for classification of failure types: adhesive (at the adhesive-ceramic interface),

cohesive (involves only one of the substrates) or mixed (involves the adhesive interface together with one of the substrates).

4.2.8 Profiling

An additional sample from each group was prepared with the objective of evaluating the surface morphology. The digital optical profilometer (Wyko, Model NT 1100, Veeco, Tucson, USA) was connected to a computer with image software (Vision 32, Veeco, USA) to perform surface micrographs (qualitative analysis of three-dimensional geometry-3D) for Measurement of the residual glaze layer after conditioning with HF. Four micrographs were obtained for each sample and the mean value of the glaze layer was calculated after conditioning with HF.

4.3 Results

The values were tested to evaluate the suitability of the model for valid statistical inference. It was determined that the original data did not provide an adjustment because the data did not fit a normal probability distribution.

In order to evaluate the influence of the surface treatment on the bond strength, the data obtained in the study were submitted to the statistical analysis of variance (Kruskal-Wallis) model, after the residues distribution.

Tabel 03: Results of Kruskal-Wallis statistical model.

KRUSKAL-WALLIS TEST

P Value	0,001
Exact or Approximate P Value?	Approximate
Do The Medians Vary Signif. (P < 0.05)	Yes
Number of Groups	7

The Kruskal-Wallis analysis of variance revealed that there was a significant interaction effect, indicating that there was change in bond strength due to surface treatment (p value = 0.001).

The Dunn multiple-comparison test revealed which groups were the statistical difference.

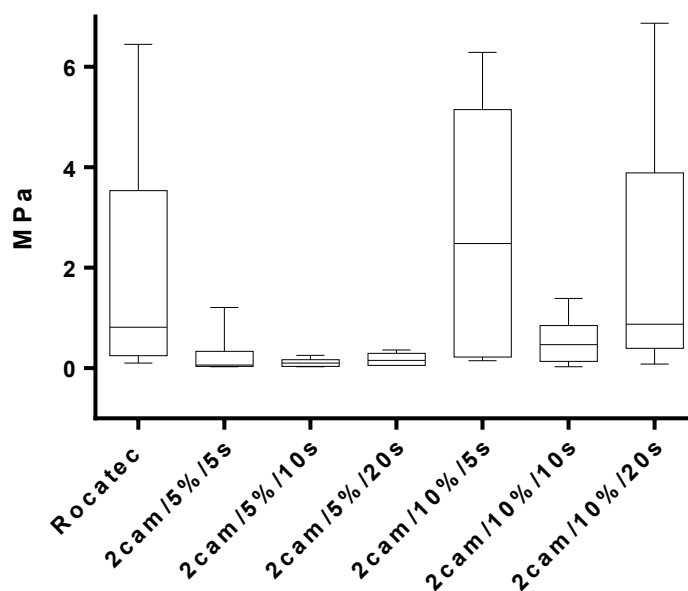
Table 04: Dunn test results of multiple comparisons.

Dunn's multiple comparisons test	Significant?
Rocatec vs. 2cam/5%/10s	Yes
2cam/5%/5s vs. 2cam/10%/20s	Yes
2cam/5%/10s vs. 2cam/10%/5s	Yes
2cam/5%/10s vs. 2cam/10%/20s	Yes

Table 04: Results of descriptive statistics for resistance values (MPa).

	N	Median	Mean	Std. Deviation
Rocatec	16	0,82	2,05	2,21
2cam/5%/5s	8	0,07	0,26	0,40
2cam/5%/10s	9	0,10	0,11	0,08
2cam/5%/20s	6	0,16	0,18	0,13
2cam/10%/5s	8	2,48	2,71	2,61
2cam/10%/10s	7	0,47	0,54	0,48
2cam/10%/20s	16	0,88	2,03	2,36

Figure 1. Graph with the results of the shear test



According to table 03 it was possible to verify, by means of descriptive statistics, that:

The values of union resistance of the 2cam / 10% / 5s group were higher than the other values of union strength, but this difference was only statistically significant in relation to the 2cam / 5% / 10s group.

Pre-test failures were found in groups 2cam / 5% / 5s, 2cam / 5% / 10s, 2cam / 5% / 20s, 2cam / 10% / 5s and 2cam / 10% / 10s, characterized by loosening of the cement column Of the ceramic block during thermocycling.

Analysis by means of the stereomicroscope revealed a total of adhesive failures (100%).

The results obtained in the profilometry show that in the groups conditioned by hydrofluoric acid at 5%, the roughness is qualitatively lower when compared to groups conditioned by 10%. And comparing the conditioning times, 10% for 5 seconds presented the best qualitative results.

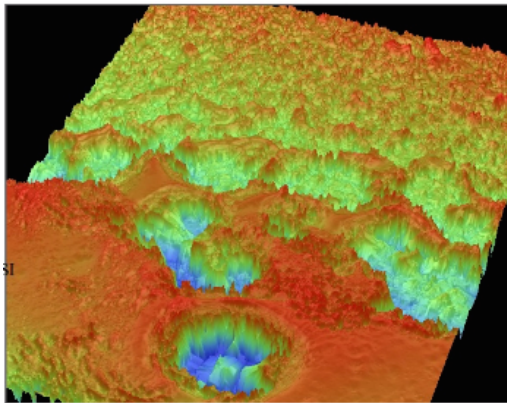


Figure 2 - !0% 5sec

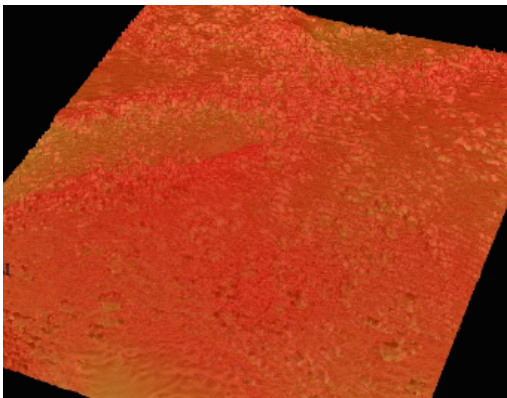


Figure 3 - 5% 10 sec

4.4 discussion

The clinical success with ceramic restorations depends, in addition to other factors, on the quality and durability of adhesion between the ceramic and the resin cement, and this depends on the chemical composition of these materials and the surface treatments performed on the ceramic surface when receiving the resin cement [44, 45]. Surface treatment with hydrofluoric acid promotes micromechanical retentions on the surface of the ceramic, with the intention of promoting greater adhesion to the cement [45, 46]. A surface

conditioning that generates a reliable bond strength between a Y-TZP ceramic and the resin cement still provide contradictory results [19,29,37,47]. However, studies have demonstrated a positive influence on bond strength when performing some chemical and / or mechanical modification on Y-TZP ceramics. Based on this, this study was performed with the objective of analyzing different adhesive cementation strategies, alternating the hydrofluoric acid concentration and the surface conditioning times of a Y-TZP ceramics associated with the application of silane and resin-based dual cement.

The control group consisted of a silica-bonded Y-TZP ceramic, in which the surface of the ceramic was silica coated by abrasion of alumina particles coated with silica (30 μ m) [33, 47]. This blasting removes the contaminants from the inner surface of the zirconia [18, 33] and improves micromechanical retention by roughness, surface energy and wettability [17, 27, 37, 48]. A minimum range for acceptable bond strength suggested in the literature is 10 to 13 Mpa [49, 50], which was not observed in this work, obtaining results lower than this union value.

In the other groups of this work, the surface treatment was the application of thin layer of glass to the surface of the zirconia to enrich the surface with silicon oxides, which provides chemical bonding through the application of silane [25, 47]. This surface treatment also allows the conditioning by hydrofluoric acid that modifies the surface creating micromechanical retentions, similar to the bonding mechanism of acid-sensitive ceramics. However, the union values for these groups were also low. In spite of the low union values, the group of two glaze layers conditioned

by 10% hydrofluoric acid for 5 seconds shows to be promising compared to the others, and is statistically significant when compared to the group of two layers of glaze conditioned by acid Hydrofluoric at 5% for 10 seconds. This fact can be justified by the fact that the 10% concentration presents better results when compared to 5% [51] and by the hypothesis that the shorter conditioning time leads to a higher volume of silica on the surface of the zirconia, promoting a better interaction with silane and resin cement [21,28,29]. The qualitative results of this work corroborate this hypothesis.

In this research, 5000 thermal cycles were performed in all groups, and this thermocycling can cause physical and chemical changes in the resin cement, which would be responsible for the decrease in bond strength [17,27,53,53]. Temperature change tests simulate degradation conditions in aqueous medium, similar to the buccal medium. The resistance of the ceramic in aqueous medium is lower than that of the ceramic stored in the air. Previous studies have previously reported reduced union strength or premature failure due to thermocycling even in groups where silicization was performed [17, 27, 54-56].

Another factor that may be responsible for the low bond strength is the absence of phosphate monomers (MDP) in the silane and cement composition used, as they could lead to a better bond between zirconium dioxide and resin cement [2,17 , 27, 53, 57].

The failure mode results observed by the stereomicrograph indicated that regardless of the group, experimental or control, the flaws were all adhesive [15, 29, 56-58]. Clinically this type of failure would involve crown detachment [59].

New research using silane and resin-based cement with MDP is suggested.

4.5 Conclusion

The result of this study demonstrated that the bond strength between a vitrified Y-TZP ceramic and a resin cement is influenced by different concentrations of hydrofluoric acid and the conditioning time. Thermocycling reduced bond strength and fractures at the cement-ceramic interface were predominantly adhesive.

4.6 References

1. Alsadon O, Patrick D, Johnson A, Pollington S, Wood D. Fracture resistance of zirconia-composite veneered crowns in comparison with zircônia-porcelain crowns. *Dent Mater J*, 2017; 36(3): 289-295.
2. Akazawa N, Koizumi H, Nogawa H, Nakayama D, Kodaira A, Matsumura H. Effect of mechanochemical surfasse preparation on bonding to zirconia of a tri-n-butylborane initiated resin. *Dent Mater J*, 2017; 36(1): 19-26.
3. Peixoto ICG, Akaki E. Avaliação de próteses parciais fixas em cerâmica pura: uma revisão de literatura. *Arq Bras Odontol*, 2008; 4(2): 96-103.
4. Porojan L, Topalã F, Porojan S, Savencu C. Effect of frame design and veneering material on biomechanical behavior of zircônia dental crowns veneered with overpressing ceramics. *Dent Mater J*, 2017; 36(3): 275-281.

5. Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surfasse treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. *J Prosthet Dent*, 2008; 100(3): 194-202.
6. Christensen GJ. Porcelain fused to metal versus zirconia based ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*, 2009; 140(8): 1036-1039.
7. Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LDS, Bonfante G Rubo JH. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. *Cerâmica*; 2010; 56:148-155.
8. Alkurt M, Yesil Duymus Z, Gundogdu M. Effects pf multiple firing on the microstructure of zirconia and veneering ceramics. *Dent Mater J*, 2016; 35(5): 776-781.
9. Cassoni A, Miranda PV, Rodrigues JA, Heluy SCL, Blay A, Shibli JA. Thermal effects on zirconia substrate after ER,Cr:YSGG irradiation. *Rev Odontol UNESP*, 2013; 42(6): 439-443.
10. Corraza PH, Duan Y, Kimpara ET, Griggs JA, Della Bona A. Lifetime comparision of Y-TZP/porcelain crowns under different loading conditions. *J Dent*, 2015; 43(4): 450-457.
11. Guerra CMF, Neves CAF, Almeida ECB, Valones MAA, Guimarães RP. Estágio atual das cerâmicas odontológicas. *Int J Dent*, 2007; 6(3): 90-95.
12. Lee SY, Cho CB, Koak JY, Yang SE. The effect of zirconia thickness and curing time on shear bond strength of dual-cure resin cement. *Dent Mater J*, 2016; 35(1): 132-137.
13. Ozcan M. Airbone Particle Abrasion of zirconia fixed dental prostheses. *J Esthet Restor Dent*, 2014; 26(6): 358-362.

14. Amaral R, Rippe M, Oliveira BG, Cesar PF, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns after long-term aging: effect of the core substrate and crown surface conditionig. *Oper Dent*, 2014; 39(6): 619-626.
15. Cavalcanti AN, Foxtton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper dente*, 2009; 34(3): 280-287.
16. Gargava S, Ram SM. Evaluation of surface conditioning of zirconia and its effect on bonding to resin-luting agent. *Jounal of Contemporary Dentistry*, 2013; 3(1): 7-10.
17. Iwasaki T, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Shinohara M, Matsumura H. Shear bond strengths of an indirect composite layering material to a tribochemically sílica-coated zirconia framework material. *Dent Mater J*, 2016; 35(3): 461-469.
18. Martins AR, Gotti VB, Shimano MM, Borges GA, Gonçalves LS. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic an alternative surface treatment. *Braz Oral Res*, 2015; 29(1): 1-7.
19. Ozcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta analysis. *J Adhes Dent*, 2015; 17(1): 7-26.
20. Pekkan G, Saridag S, Pekkan K, Helvacioglu DY. Comparative radiopacity of conventional and full-contour Y-TZP ceramics. *Dent Mater J*, 2016; 35(2) 257-263.
21. Pereira LL, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO, Ozcan M. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? *J Adhes Dent*, 2015; 17(2): 169-174.

22. Traini T, Sinjari B, Pascetta R, Serafini N, Giorgio P, Trisi P, Caputi S. The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material. *Dent Mater J*, 2016; 35(5) 748-755.
23. Attia A. Influence of surface treatment and cyclic loading on the durability of repaired all-ceramic crowns. *J Appl Oral Sci*, 2010; 18(2): 194-200.
24. Attia A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic – influence of surface treatment and termocycling. *J Appl Oral Sci*, 2011; 19(4): 388-395.
25. Ntala P, Chen X, Niggli J, Cattell M. Development and testing of multi-phase galzes for adhesive bonding to zirconia substrates. *J Dent*, 2010; 38(10): 773-781.
26. Feitosa SA, Patel D, Borges AL, Alshehri EZ, Bottino MA, Ozcan M, Valandro LF, Bottino MC. Effect of cleasing methods on saliva-contaminated zirconia: an evaluation of resin bond durability. *Oper Dent*, 2015; 40(2): 162-171.
27. Arai M, Takagaki T, Takahashi A, Tagami J. The role of functional phosphoric acid ester monomers in the surface treatment of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dent Mater J*, 2017; 36(2): 190-194.
28. Moezzizadeh M, Nojehedian H, Valizadeh Haghi H. Effect os bioglass and silica coating of zirconia substrate on its bond strength to resin cement. *Dent Mater J*, 2017; 36(1): 54-62.
29. Ozcan M, Yetkiner E. Could readily silanized silica particles substitute silica coating and silanization in conditioning zirconium dioxide for resin adhesion? *J Adhes Sci Technol*, 2016; 30(2): 186-193.
30. Vu VT, Oh GJ, Yun KD, Lim HP, Kim JW, Nguyen PT, Park SW. Acid etching of glass-infiltrated zirconia and its biological response. *J Ads Prosthodont*, 2017; 9: 104-109.

31. Vanderlei A, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent*, 2014; 39(1): 50-63.
32. Alves M, Campos F, Bergoli CD, Bottino MA, Ozcan M, Souza R. Effect of adhesive cementation strategies on the bonding of Y-TZP to human dentin. *Oper Dent*, 2016; 41(3): 276-283.
33. Inokoshi M, Kameyama A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. *J Dent*, 2013; 41(2): 170-179.
34. Anami LC, Lima JM, Corazza PH, Yamamoto ET, Bottino MA, Borges AL. Finite element analysis of the influence of geometry and design of zirconia crowns on stress distribution. *J Prosthodont*, 2015; 24(2): 146-151.
35. Melo RM, Souza RO, Dursun E, Monteiro EB, Valandro LF, Bottino MA. Surface treatments of zirconia to enhance bonding durability. *Oper Dent*, 2015; 40(6): 636-643.
36. Rippe MP, Amaral R, Oliveira FS, Cesar PF, Scotti R, Valandro LF, Bottino MA. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns cemented on resin composite cores: effect of the cement and Y-TZP surface conditioning. *Oper Dent*, 2015; 40(1) e1-e10.
37. Tanis MC, Akay C, Karaki D. Resin cementation of zirconia ceramics with different bonding agents. *Biotechnol & Biotechnol Equip*, 2015; 29(2): 363-367.
38. Akar GC, Pekkan G, Çal E, Eskitasçioğlu G, Ozcan M. Effects of surface-finishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems. *J Prosthet Dent*, 2014; 112(2): 314-321.

39. Bottino MA, Snellaert A, Bergoli CD, Ozcan M, Bottino MC, Valandro LF. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. *Oper Dent*, 2015; 40(2): e40-46.
40. Leite FP, Ozcan M, Valandro LF, Moreira CHC, Amaral R, Bottino MA. Effect of the etching duration and ultrasonic cleaning microtensile bond strength between feldspathic ceramic and resin cement. *J Adhes*, 2013; 89(3): 159-173.
41. Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper dent*, 2010; 35(4): 420-427.
42. Abo-Hamar SE, Federlin M, Hiller KA, Friedl KH, Schmalz G. Effect of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin. *Dent Mater J*, 2005; 21(9): 794-803.
43. Fonseca RG, Cruz CAS, Adabo GL. The influence of chemical activation on hardness of dual-curing resin cements. *Braz Oral Res*, 2004; 18(3): 228-232.
44. Meyer Filho A, Souza CN. Desmistificando a cimentação adesiva de restaurações cerâmicas. *Clin Int J Bras Dent*, 2005, 1(1): 50-57.
45. Torres SMP, Borges GA, Sphor AM, Cury AADB, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent*, 2009; 34(4): 399-407.
46. Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, De Goes MF, Knowles JC. Effect of water storage and surface treatments in the tensile bond strength of IPS Empress 2 Ceramic. *J Prosthodont*, 2007; 16(3): 192-199.
47. Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent*, 2014; 42(1): 90-98.

48. Moradabadi A, Roudsari SE, Yekta BE, Rahbar N. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agente and zirconia ceramic. *Mater Sci Eng C Biol Appl*, 2014; 34: 311-317.
49. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocicling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater J*, 2006; 22(2): 195-200.
50. Thurmond JW, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Effect of porcelais surface treatments on bond strengths os composite resin bonded to porcelain. *J Prosthet Dent*, 1994; 72(4): 355-359.
51. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Resin Bonding to a feldspar ceramic after different ceramic asurface conditioning methods: evaluation of contact angle, surface pH, and microtensile bond strenght durability. *J Adhes Dent*, 2011; 13(6): 551-560.
52. Ehlers V, Kampf G, Stender E, Willershausen B, Ernst CP. Effect of thermocycling with or without 1 year of water storage on retentive strengths of luting cements for zirconia crowns. *J Prosthet Dent*, 2015; 113(6): 609-615.
53. Passia N, Mitsias M, Lehmann F, Kern M. Bond strength of new generation of universal bonding systems to zirconia ceramic. *J Mech Behav Mater*, 2016; 62: 268-274.
54. Feitosa SA, Patel D, Borges AL, Alshehri EZ, Bottino MA, Ozcan M, Valandro LF, Bottino MC. Effect of cleaning methods on saliva- contaminated zirconia: an evaluation of resin bond durability. *Oper Dent*, 2015; 40(2): 163-171.
55. Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu BY, SimseK I, Parlar O, Sari T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. *Lasers Med Sci*, 2013; 28(1): 259-266.

56. Campos F, Almeida CS, Rippe MP, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Resin Bonding to a hybrid ceramic: effects of surface treatments and aging. *Oper Dent*, 2016; 41(2): 171-178.
57. Gotti VB, Filho SC, Shimano MM, Borges GA, Gonçalves LS. Influence of ceramic primers on microshear bond strength between resin cements and zirconia-based ceramic. *Braz J Oral Sci*, 2011; 10(1): 124-129.
58. Kim MJ, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. *J Dent*, 2011; 39(11): 795-803.
59. Anami LC, Lima JM, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, Bottino MA. Fatigue resistance of Y-TZP/porcelain crowns is not influenced by the conditioning of the intaligo surface. *Oper Dent*, 2016; 41(1): e1-e12.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O resultado desse estudo demonstrou que a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP vitrificada e um cimento resinoso é influenciada por diferentes concentrações de ácido fluorídrico e pelo tempo de condicionamento. A termociclagem reduziu a resistência de união e as falhas na interface cimento-cerâmica foram predominantemente adesivas. Sugere-se novos estudos, utilizando silano e cimento resino que apresentem MDP em sua formulação.

6 REFERÊNCIAS

ABO-HAMAR SE; et al. Effect of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin. **Dent Mater J**, v. 21, n. 9, p. 794-803, 2005.

AKAR GC, Pekkan G, Çal E, Eskitasçioğlu G, Özcan M. Effects of surface-finishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems. **J Prosthet Dent**, v. 112, n. 2, p. 314-321, 2014.

AKAZAWA N; et al. Effect of mechanochemical surface preparation on bonding to zirconia of a tri-n-butylborane initiated resin. **Dent Mater J**, n. 36, n. 1, p. 19-26, 2017.

ALKURT M, YESIL DUYMUS Z, GUNDOGDU M. Effects of multiple firing on the microstructure of zirconia and veneering ceramics. **Dent Mater J**, v. 35, n. 5, p. 776-781, 2016.

ALSADON, O; et al. Fracture resistance of zirconia-composite veneered crowns in comparison with zirconia-porcelain crowns. **Dent Mater J**, v. 36, n. 3, p. 289-295, 2017.

ALVES M; et al. Effect of adhesive cementation strategies on the bonding of Y-TZP to human dentin. **Oper Dent**, v. 41, n. 3, p. 276-283, 2016.

AMARAL R; et al. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns after long-term aging: effect of the core substrate and crown surface conditioning. **Oper Dent**, v. 39 n. 6, p. 619-626, 2014.

ANAMI LC; et al. Finite element analysis of the influence of geometry and design of zirconia crowns on stress distribution. **J Prosthodont**, v. 24, n. 2, p. 146-151, 2015.

ARAI M; et al. The role of functional phosphoric acid ester monomers in the surface treatment of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. **Dent Mater J**, v. 36, n. 2, p. 190-194, 2017.

ATTIA A. Influence of surface treatment and cyclic loading on the durability of repaired all-ceramic crowns. **J Appl Oral Sci**, v. 18, n. 2, p. 194-200, 2010.

ATTIA A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic – influence of surface treatment and thermocycling. **J Appl Oral Sci**, v. 19, n. 4, p. 388-395, 2011.

BOTTINO MA; et al. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. **Oper Dent**, v. 40, n. 2, p. e40-46, 2015.

CASSONI A; et al. Thermal effects on zirconia substrate after ER,Cr:YSGG irradiation. **Rev Odontol UNESP**, v. 42, n. 6, p. 439-443, 2013.

CAVALCANTI AN; et al. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Oper dent**, v. 34, n. 3, p. 280-287, 2009.

CHAIYABUTR Y; et al.. The effect of hydrofluoric acid surfasse treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. **J Prosthet Dent**, v. 100, n. 3, p. 194-202, 2008.

CHRISTENSEN GJ. Porcelain fused to metal versus zirconia based ceramic restorations. **J Am Dent Assoc**, v. 140, n. 8, p. 1036-1039, 2009.

CORRAZA PH; et al. Lifetime comparision of Y-TZP/porcelain crowns under different loading conditions. **J Dent**, v. 43, n. 4, p. 450-457, 2015.

FEITOSA SA; et al. Effect of cleasing methods on saliva-containated zirconia: an evaluation of resin bond durability. **Oper Dent**, v. 40, n. 2, p. 162-171, 2015.

FONSECA RG, CRUZ CAS, ADABO GL. The influence of chemical activation on hardness of dual-during resin cements. **Braz Oral Res**, v. 18, n. 3, p. 228-232, 2004.

GARGAVA S, RAM SM. Evaluation of surface conditioning of zirconia and its effect on bonding to resin-luting agent. **Jounal of Contemporary Dentistry**, v. 3, n. 1, p. 7-10, 2013.

GUERRA CMF; et al. Estágio atual das cerâmicas odontológicas. **Int J Dent**, v. 6, n. 3, p. 90-95, 2007.

INOKOSHI M; et al. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. **J Dent**, v. 41, n. 2, p. 170-179, 2013.

IWASAKI T; et al. Shear bond strengths of an indirect composite layering material to a tribochemically sílica-coated zirconia framework material. **Dent Mater J**, v. 35, n.3, p. 461-469, 2016.

LEE SY; et al. The effect of zirconia thickness and curing time on shear bond strength of dual-cure resin cement. **Dent Mater J**, v. 35, n. 1, p. 132-137, 2016.

LEITE FP; et al. Effect of the etching duration and ultrasonic cleaning microtensile bond strength between feldspathic ceramic and resin cement. **J Adhes**, 2013; 89(3): 159-173.

MARTINS LM; et al. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. **Cerâmica**, v. 56, p. 148-155, 2010.

MARTINS AR; et al. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic an alternative surface treatment. **Braz Oral Res**, v. 29, n. 1, p. 1-7, 2015.

MELO RM; et al. Surface treatments of zirconia to enhance bonding durability. **Oper Dent**, v. 40, n. 6, p. 636-643, 2015.

MOEZZIZADEH M, NOJEDEHIAN H, VALIZADEH HAGHI H. Effect os bioglass and silica coating of zirconia substrate on its bond strength to resin cement. **Dent Mater J**, v. 36, n. 1, p. 54-62, 2017.

NAVES LZ; et al. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. **Oper dent**, v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.

NTALA P; et al. Development and testing of multi-phase galzes for adhesive bonding to zirconia substrates. **J Dent**, v. 38, n. 10, p. 773-781, 2010.

OZCAN M. Airbone Particle Abrasion of zirconia fixed dental prostheses. **J Esthet Restor Dent**, v. 26, n. 6, p. 358-362, 2014.

OZCAN M, BERNASCONI M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta analysis. **J Adhes Dent**, v. 17, n. 1, p. 7-26, 2015.

OZCAN M, YETKINER E. Could readily silanized silica particles substitute silica coating and silanization in conditioning zirconium dioxide for resin adhesion? **J Adhes Sci Technol**, v. 30, n. 2, p. 186-193, 2016.

PEIXOTO ICG, AKAKI E. Avaliação de próteses parciais fixas em cerâmica pura: uma revisão de literatura. **Arq Bras Odontol**, v. 4, n. 2, p. 96-103, 2008.

PEKKAN G; et al. Comparative radiopacity of conventional and full-contour Y-TZP ceramics. **Dent Mater J**, v. 35, n. 2, p. 257-263, 2016.

PEREIRA LL,; et al. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? **J Adhes Dent**, v. 17, n. 2, p. 169-174, 2015.

POROJAN L; et al. Effect of frame design and veneering material on biomechanical behavior of zirconia dental crowns veneered with overpressing ceramics. **Dent Mater J**, v. 36, n. 3, p. 275-281, 2017.

RIPPE MP; et al. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns cemented on resin composite cores: effect of the cement and Y-TZP surface conditioning. **Oper Dent**, v. 40, n. 1, p. e1-e10, 2015.

TANIS MC, AKAY C, KARAKI D. Resin cementation of zirconia ceramics with different bonding agents. **Biotechnol & Biotechnol Equip**, v. 29, n. 2, p. 363-367, 2015.

TRAINI T; et al. The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material. **Dent Mater J**, v. 35, n. 5, p. 748-755, 2016.

VANDERLEI A, BOTTINO MA, VALANDRO LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. **Oper Dent**, v. 39, n. 1, p. 50-63, 2014.

VU VT; et al. Acid etching of glass-infiltrated zirconia and its biological response. **J Ads Prosthodont**, v. 9, p. 104-109, 2017.