

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE-FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG - MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

Vivian E. S. Massi Paschoalino

**EFEITO DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE JATEAMENTO SOBRE
A DURABILIDADE DE UNIÃO DE UMA CERÂMICA AO CIMENTO
RESINOSO**

Juiz de Fora

2014

VIVIAN E. S. MASSI PASCHOALINO

**EFEITO DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE JATEAMENTO SOBRE
A DURABILIDADE DE UNIÃO DE UMA CERÂMICA AO CIMENTO
RESINOSO**

Dissertação apresentado 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 grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

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

Co-orientador: Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho

Juiz de Fora

2014

Vivian E. S. Massi Paschoalino

Efeito de diferentes protocolos de jateamento sobre a durabilidade de união de uma cerâmica ao cimento resinoso

Dissertação apresentado 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 grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Aprovada em ___ de ____ de 20__.

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. Dr^a. Fabíola Pessôa Pereira Leite (Orientadora)

Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza

Universidade Federal do Rio Grande do Norte

Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho

Universidade Federal de Juiz de Fora (GV)

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho, que representa o início de um projeto de vida, àqueles que têm estado sempre presentes nesta longa caminhada:

A Deus, que em sua tão infinita bondade e generosidade tem me guiado e iluminado meus caminhos em busca de tantas conquistas. Por ter me amparado nos momentos de fraqueza e me dado forças para enxergar que as dificuldades são meros degraus para se alcançar as realizações.

Aos meus pais Carlos e Vera, a quem eu amo e agradeço infinitamente pelo esforço incansável em busca da minha formação acadêmica e pessoal. Obrigado por cada ensinamento, pois devo muito do que sou hoje à cada palavra, carinho, olhar transmitido por vocês.

Ao meu marido Bruno por ser meu amigo, companheiro, confidente, desde o momento que nos conhecemos. Sua confiança no meu sucesso tem grande importância em cada uma de minhas conquistas.

Você é um dos maiores motivos por eu estar aqui hoje.

Te Amo muito!

Agradeço também à
Seus pais, Olívio e Carmem pelo amor e dedicação dispensados
a mim. A querida Geralda pelo cuidado e carinho. Sou
eternamente grata ao que fizeram por mim e a minha família ao
longo desses dois anos!

Ao meu amado filho Bernardo, fonte de inspiração em minha
vida!!! Chegou de repente em um momento tão atribulado,
trazendo alegria e me ensinando o significado do amor
incondicional!!

Obrigada por sua presença e seu sorriso. Te amo demais!!

À meus irmãos, cunhado e sobrinhos.
Agradeço a torcida pela realização dos meus objetivos e
alegria em cada um desses alcançados.

AGRADECIMENTOS

A minha Orientadora, **Professora Dr^a. Fabíola Pessôa Pereira Leite**, por toda atenção, dedicação e amizade.

Sempre compreensiva, orientando com paciência e sabedoria.

A **Prof. Dr^a. Ivone Oliveira Salgado**, pelos ensinamentos e oportunidades oferecidas. Que me abriu as portas para que eu desde já realizasse meu sonho. Obrigada pela confiança!!!

Aos meus queridos **amigos e colegas de mestrado**, pelos momentos vividos e por poder contar com vocês. A amiga **Tatiana Costa** por ter confiado no meu trabalho.

Minha eterna gratidão!!! Em especial às minhas queridas **Elissa e Yasmine**: a presença de vocês tornou tudo mais divertido e tranquilo. Obrigada por todos os momentos!

Vocês são mais que amigas, são irmãs de coração. Certamente, muito mais faremos juntas... é só o começo!

Aos **Professores** que fizeram parte deste curso, por participarem da minha formação doando conhecimento e experiência.

Aos **Amigos**, Rodrigo de Carvalho, Ronaldo e Caroline Cotes, muito obrigado pela importante contribuição na realização dessa pesquisa.

A querida **Edna**, pelo apoio nas horas mais difíceis, cuidando do meu filho com tanto zelo, para que eu tivesse a tranquilidade que precisava.

Aos **Funcionários**, pela convivência e carinho com que sempre me trataram. Em especial, a **Wanessinha**, pela amizade, alegria e carinho dedicado a mim e a minha família. A querida **Isadora**, pela amizade e confiança no meu trabalho. Muito Obrigada!!!

Aos **Alunos** pela colaboração e paciência; com quem muito aprendi.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora. Pelo orgulho, satisfação e ter me proporcionado a convivência com pessoas tão queridas. Com respeito, admiração e gratidão, exaltarei sempre o nome desta instituição.

Ao Laboratório de Pesquisa da Universidade Federal de Juiz de Fora e a Universidade Estadual Paulista – UNESP de São José dos Campos pela disponibilização de equipamentos para a realização deste trabalho, em especial ao **Silvério, por ter contribuído de maneira significativa com este.**

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

Meus sinceros agradecimentos a todos.

**SEM VOCÊS ESSE TRABALHO NÃO SERIA
REALIZADO!!!**

“Bom mesmo é ir a luta com determinação,
abraçar a vida e viver com paixão,
perder com classe e vencer com ousadia.

Porque o mundo pertence a quem se atreve
e a vida é muito para ser insignificante! ”

Charles Chaplin

RESUMO

Este estudo avaliou a molhabilidade, a morfologia superficial e a influência da ciclagem térmica sobre a resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica de zircônia estabilizada por ítrio (Y-TZP) submetida a diferentes protocolos de jateamento. Foram confeccionados 35 discos (diâmetro: 15mm, espessura: 2mm) cerâmicos sinterizados LAVA *All-Ceramic System* (3M Espe – Seefeld - Alemanha). Os discos foram divididos randomicamente (n=5): **A45** - jateamento AL_2O_3 45 μ m; **A80** - jateamento AL_2O_3 80 μ m; **C30** - jateamento AL_2O_3 revestido por SiO_2 30 μ m (Cojet); **R30** - Jateamento AL_2O_3 revestido por SiO_2 30 μ m (Rocatec Soft); **R110** - jateamento AL_2O_3 revestido por SiO_2 110 μ m (Rocatec Plus); **R110R30** - R110 + R30; **ST** - sem tratamento. O jateamento foi realizado de forma padronizada a pressão constante de 2,5bars, distância de 10mm, em movimentos circulares durante 90s. Para o teste de cisalhamento com e sem ciclagem (n=10) sobre o disco cerâmico já fixado no cilindro de resina acrílica foram colocados com cera utilidade quatro matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain PerformancePlastic, Maime Lakes, FL, EUA – 3 mm de diâmetro interno por 3 mm de altura). As superfícies cerâmicas foram silanizadas por 60s (Monobond S-Ivoclar-Vivadent- Schaan-Liechtenstein) com microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro,RJ, Brasil) internamente ao tygon tubing na zircônia de forma ativa por 60s, e realizada a secagem com leve jato de ar por 20 segundos. Foram preenchidas com cimento resinoso Panavia F[®](Kuraray, Okayama, Japão) com o auxílio de uma seringa centrix com ponta (Accudose agulha) (Polidental Ind. e Com. Ltda- São Paulo- SP, Brasil). A fotopolimerização foi realizada com o LED Rádii-Cal (SDI-Pinheiros-SP,Brasil) com intensidade de 1200mW/cm e tempo de polimerização de 40 segundos. Após, armazenadas em água destilada na estufa (Olidéf- Ribeirão Preto - São Paulo-Brasil), à 37°C durante 24 horas, as matrizes foram removidas com o auxílio de lâminas de bisturi número 12 (Becton Dickinson- New Jersey -EUA). Depois deste período metade das amostras foram submetidas a 3.000 ciclos de termociclagem em uma cicladora Térmica (Ética Equipamento Científicos S/A- São Paulo- Brasil). A outra metade, posteriormente foi levada ao ensaio de cisalhamento (EMIC-DL 2000 - São José dos Pinhais, Paraná). Para análise estatística utilizaram-se os testes ANOVA (dois fatores) e Tukey ($\alpha=0,05$). Em seguida, a superfície fraturada foi inspecionada em estereomicroscópio (Discovery.V20, Carl Zeiss, LLC, EUA), (n=2) com magnificação de 9X. O modo de fratura foi classificado em três tipos diferentes: Adesiva, Mista e Coesiva. Dois discos a mais de cada grupo (n=2) tiveram suas superfícies jateadas e foram observadas (2000x) em Microscópio Eletrônico de Varredura FEI INSPECT S50 (Brno, República Tcheca). O ângulo de contato foi mensurado por goniometria (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers - Montain Lakes – EUA)(n=5) em cada amostra, antes e após o protocolo de jateamento. Uma gota de água destilada foi colocada sobre a superfície cerâmica com uma seringa e o ângulo de contato foi medido durante 20 segundos (30 Frames por segundo). Para análise estatística utilizou-se os testes ANOVA (um fator) e Tukey ($\alpha=0,05$). Observou-se que na ausência da ciclagem térmica, o tratamento de superfície não influenciou na resistência de união ($p=0,238$). Grupo **A80**(12,42 \pm 4,08); **A45**(14,38 \pm 4,95); **C30**(16,86 \pm 4,53); **R30**(13,99 \pm 5,55); **R110**(14,02 \pm 5,03); **R110R30**(11,75 \pm 4,19); **ST**(10,57 \pm 4,10). A ciclagem térmica influenciou os valores de resistência de união de todos os grupos ($p=0,399$). Os maiores valores de resistência de união após ciclagem térmica foram obtidos para os grupos **A80** (4,927^{bc} \pm 1,53) e **R110** (7,175^{bc} \pm 1,34), em comparação com os grupos **ST**

($1,86^e \pm 0,30$), **C30** ($2,132^e \pm 0,73$) e **R110R30** ($3,251^{de} \pm 1,37$). Para todas as amostras analisadas as falhas foram consideradas adesivas. As fotomicrografias ilustram superfícies mais homogêneas para os grupos que apresentaram menores ângulos **C30** ($62,6^{de} \pm 0,91$), **R30** ($61,91^e \pm 1,05$) e **R110R30** ($61,54^e \pm 1,02$). O jateamento influenciou estatisticamente no valor do ângulo de contato, onde o grupo **ST** ($110,61^a \pm 0,90$) apresentou maior ângulo e os grupos **R110R30** ($61,54^e \pm 1,02$), **R30** ($61,91^e \pm 1,05$), **C30** ($62,66^{de} \pm 0,91$) e **A45** ($65,50^d \pm 0,94$) apresentaram os menores ângulos respectivamente. Conclui-se que o jateamento com **C30**, **R30** e **R110R30** proporcionaram maior molhabilidade de superfície da cerâmica estudada. Os maiores valores de resistência de união foram para os grupos onde se realizou jateamento com óxido de alumínio **80 μ m** e com Rocatec **110 μ m**. Apesar dessa união não ser durável. Partículas maiores apesar de causarem maiores danos a superfície cerâmica, produzem valores de resistência de união altos. O protocolo de jateamento de silicatização com partículas maiores foi o tratamento que promoveu ao mesmo tempo maior molhabilidade e maior resistência de união.

PALAVRAS-CHAVE: Cerâmica, microscopia eletrônica de varredura, abrasão dental por ar.

ABSTRACT

This study evaluated the wettability, surface morphology and the influence of thermocycling on the bond strength of a resin cement and a zirconia ceramic stabilized by yttrium (Y-TZP) under different blasting protocols. Were made 35 discs (diameter: 15mm, thickness: 2 mm) sintered ceramic LAVA All-Ceramic System (3M Espe - Seefeld - Germany). The discs were randomly divided ($n = 5$): A45 - blasting Al_2O_3 45 μm ; A80 - blasting Al_2O_3 80 μm ; C30 - blasting Al_2O_3 coated SiO_2 30 μm (Cojet); R30 - Blasting Al_2O_3 coated SiO_2 30 μm (Rocatec Soft); R110 - blasting Al_2O_3 coated SiO_2 110 μm (Rocatec Plus); R110R30 - R110 + R30; ST - untreated. The blast was standardized in the constant pressure 2,5bars, distance 10mm, circular motion during 90s. For the shear test with and without cycling ($n = 10$) on the ceramic disc already fixed in the cylinder of acrylic resin were placed with wax utility four cylindrical transparent matrices (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain PerformancePlastic, Maime Lakes, FL, USA - 3 mm internal diameter by 3 mm height). The ceramic surfaces were silanized for 60 seconds (Monobond S-Ivoclar-Vivadent- Schaan-Liechtenstein) with microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brazil) internally to tygon tubing in zirconia actively for 60 seconds, and held drying with light air jet for 20 seconds. Were filled with Panavia F ® (Kuraray, Okayama, Japan) with the aid of a syringe with tip centrix (AccuDose needle) (Polidental Ind. E Com. Ltda- São Paulo-SP, Brazil). The curing was performed with the LED-Cal Radii (SDI-Pine-SP, Brazil) with an intensity of 1200mW / cm and polymerization time of 40 seconds. After stored in distilled water in the oven (Olidef- Ribeirão Preto - São Paulo-Brazil), at 37 ° C for 24 hours, the arrays were removed with the help of number 12 scalpel blades (Becton Dickinson-New Jersey-US). After this period half of the samples were subjected to 3,000 cycles of thermal cycling in a thermal cycler (Ethics Scientific Equipment S / Sao Paulo-A- Brazil). The other half, was later taken to the shear test (EMIC DL-2000 - São José dos Pinhais, Paraná). For statistical analysis we used the ANOVA (two factors) and Tukey ($\alpha = 0.05$). Then the fractured surface was inspected in stereo (Discovery.V20, Carl Zeiss, LLC, USA) ($n = 2$) with magnification 9X. The fracture mode was classified into three different types: Adhesive, Mixed and Cohesive. Two discs over each group ($n = 2$) had their blasted surfaces and observed (2000x) in Scanning Electron Microscope FEI INSPECT S50 (Brno, Czech Republic). The contact angle was measured by goniometer (Rame-Hart, Inc., 100-00, Contact Angle Goniometers -. Montain Lakes - USA) ($n = 5$) in each sample before and after blasting protocol. A drop of distilled water was placed on the ceramic surface with a syringe and the contact angle was measured 20 seconds (30 frames per second). Statistical analysis was performed using ANOVA (one factor) and Tukey ($\alpha = 0.05$). It was observed that in the absence of thermal cycling, the surface treatment did not influence the bond strength ($p = 0.238$). A80 group (12.42 ± 4.08); A45 (14.38 ± 4.95); C30 (16.86 ± 4.53); R30 (13.99 ± 5.55); R110 (14.02 ± 5.03); R110R30 (11.75 ± 4.19); ST (10.57 ± 4.10). Thermocycling influence the bond strength values of all the groups ($p = 0.399$). The higher bond strength values were obtained after thermocycling for the A80 groups ($4,927bc \pm 1.53$) and R110 ($7,175bc \pm 1.34$) compared with the ST group ($1,86e \pm 0.30$), C30 ($2,132e \pm 0.73$) and R110R30 ($3,251de \pm 1.37$). For all the samples analyzed were considered failures adhesive. The photomicrographs illustrate more homogeneous surfaces for the groups with smaller angles C30 (62.6; of ± 0.91), R30 (61,91e ± 1.05) and R110R30 (61,54e ± 1.02). The blasting statistically influence the value of the contact angle, where the ST group (110,61a ± 0.90) had a higher

angle and R110R30 groups ($1.02 \pm 61,54e$), R30 ($61,91e \pm 1.05$), C30 ($62,66de \pm 0.91$) and A45 ($65,50d \pm 0.94$) had the lowest angles respectively. It follows that the blasting C30, R30 and R110R30 provided higher wettability of the surface of the studied ceramics. The highest bond strength values were for the groups where they underwent blasting with aluminum oxide $80\mu\text{m}$ and Rocatec 110 microns. Despite this union will not be durable. Although larger particles causing greater damage to the ceramic surface, produce higher bond strength values. The silica coating blasting protocol with larger particles was the treatment that promoted while higher wettability and higher bond strength.

KEYWORDS: Ceramics, scanning electron microscopy, dental air abrasion.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1:	A: Fotografia do bloco arredondado	50
	B: Amostras em forma de discos antes e após a sinterização	50
Figura 2:	Jateador posicionado no dispositivo metálico para padronização do jateamento	52
Figura 3:	Distância padronizada em 10 mm entre a superfície das amostras e a ponta do jateador	53
Figura 4:	Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT S50	54
Figura 5:	Imagem do goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers - Montain Lakes – EUA)	55
Figura 6 :	Imagem da água deionizada sendo aplicada sobre a superfície da Amostra	55
Figura 7:	Representação do ângulo de contato formado pela interface líquido – sólido	56
Figura 8 :	Cilindro de cobre utilizado para padronização das amostras.	56
Figura 9 :	Haste vertical do articulador Bio Art B2 com disco jateado fixado com fita dupla face	57
Figura10:	Posicionamento do disco de zircônia no centro do cilindro de resina acrílica	58
Figura 11:	Posicionamento e altura do tygon tubing no disco de zircônia	59
Figura 12:	Remoção das matrizes com o uso de bisturi nº12 (Becton Dickinson, New Jersey,EUA.)	60
Figura 13:	Posicionamento da amostra em uma máquina de ensaio universal (EMIC DL 200, São José dos Pinhais,Paraná)	61
Figura 15:	Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade). Observar que o p-valor é maior que 0,05, ou seja, os dados são normais	64
Figura 16:	Gráfico do Box-plot	64

Figura 17:	Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade)	66
Figura 18:	Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade). Observar que o p-valor é maior que 0,05, ou seja, os dados são normais	67
Figura 19:	Gráfico do Box-plot para os valores de resistência de união do teste de cisalhamento sem termociclagem (1) e com termociclagem (2)	67
Figura 20:	Imagem (2000x) em MEV / Jateamento com partículas de óxido alumínio 45µm	70
Figura 21:	Imagem (2000x) em MEV / Jateamento com partículas de óxido alumínio 80µm.	70
Figura 22:	Imagem (2000x) em MEV / Jateamento com partículas de óxido alumínio revestidos com sílica 30µm (Cojet®)	71
Figura23:	Imagem (2000x) em MEV / Jateamento com partículas de óxido alumínio revestidos com sílica 30µm (Rocatec Soft ®)	71
Figura24:	Imagem (2000x) em MEV / Jateamento com partículas de óxido alumínio revestidos com sílica 110µm (Rocatec Plus ®)	72
Figura 25:	Imagem (2000x) em MEV / Jateamento com partículas de óxido alumínio revestidos com sílica 30µm (Rocatec Soft ®) mais partículas de óxido alumínio revestidos com sílica 110µm (Rocatec Plus ®)	72
Figura 26:	Imagem (2000x) em MEV/ Grupo sem tratamento de superfície	73
Figura 27:	Modo de falha do Grupo A45	73
Figura 28:	Modo de falha do Grupo A80	73
Figura 29:	Modo de falha do Grupo C30	74
Figura 30:	Modo de falha do Grupo R30	74
Figura 31:	Modo de falha do Grupo R110	74
Figura 32:	Modo de falha do Grupo R110R30	74

LISTA DE TABELAS E QUADROS

Tabela 1:	Grupos experimentais	51
Tabela 2 :	Análises e número de amostras por grupo.	51
Tabela 3:	Resultado do teste ANOVA um fator	51
Tabela 4:	Resultados do teste de Tukey para goniometria. Letras distintas representam grupos estatisticamente diferentes entre si	65
Tabela 5:	Resultado do teste ANOVA dois fatores	68
Tabela 6:	Resultados do teste de Tukey para goniometria. Letras distintas representam grupos estatisticamente diferentes entre si.	68
Quadro 1:	Quadro demonstrativo da descrição dos materiais, nome comercial e Fabricante	48

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD/CAM	Computer Aided Desing/Computer Aided Manufacturing
Y-TZP	Zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítrio
PPF	Prótese Parcial Fixa
ANOVA	Analysis of variance (Análise de variância)
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
AFM	Microscópio de força atômica
ZrO₂	Dióxido de zircônio ou zircônia
Y₂O₃	Óxido de ítrio
MgO	Óxido de Magnésio
CeO	Óxido cério
MDP	Tipo de monômero fosfatado (10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato),
FeCl₃	Cloreto férrico
Al₂O₃	Óxido de alumínio
CO₂	Gás carbônico
SiO₂	Óxido de silício
n	Número de amostras por grupo
min	Minutos
mm	Unidade de comprimento (milímetro)
mm³	Unidade de comprimento(milímetro cúbico)
nm	Unidade de comprimento (nanômetro)
s	Segundos
%	Porcentagem

μm	Unidade de comprimento (micrometro)
°C	Unidade de temperatura (graus Celsius)
WA	Energia de superfície
MPa	Unidade de resistência em geral – força / área (megapascal)
Rpm	Rotação por minuto
mW/cm	Miliwatt(s) por centímetro quadrado

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
2 PROPOSIÇÃO	23
3 REVISÃO DE LITERATURA	24
3.1 Zircônia Tetragonal Policristalina Estabilizada por óxido de ítrio-Y-TZP	25
3.2 Adesão à zircônia Y-TZP: Tratamentos de superfície.	27
3.2.1 Jateamento com partículas de óxido de alumínio(JAT)	26
3.2.2 Silicatização	35
3.3 Cimentos	44
4 METODOLOGIA	49
4.1 Materiais	49
4.2 Métodos	49
4.2.1 Confecção do disco	49
4.2.2 Delineamento experimental	50
4.2.3 Tratamento de superfície da cerâmica.	51
4.2.4 Análise por microscópio eletrônico de varredura	53
4.2.5 Medida do Ângulo de contato	54
4.2.6 Ensaio de resistência ao cisalhamento	55
4.2.6.1 Preparo dos corpos de prova	56
4.2.6.2 Inclusão dos discos em resina acrílica	56
4.2.6.3 Fixação dos Tygons	58
4.2.6.4 Ciclagem térmica	60
4.2.6.5 Ensaio de cisalhamento	60
4.2.7 Análise do Modo de Fratura	61
4.2.8 Análise estatística	62
4.2.8.1 Medida do ângulo de contato	62
4.2.8.2 Medida do cisalhamento	62
5 RESULTADOS	62
5.1 Medida do ângulo de contato	63
5.2 Ensaio de cisalhamento	66
5.3 Análise superficial em Microscopia Eletrônica de Varredura	69
5.4 Análise do Modo de Falha	73
6 DISCUSSÃO	74
7 CONCLUSÃO	82
REFERÊNCIAS	83

INTRODUÇÃO

As restaurações totalmente cerâmicas vêm cada vez mais ganhando atenção de clínicos e pacientes, já que apresentam inúmeras vantagens, tais como estabilidade de cor, baixa condutividade térmica, resistência à abrasão e biocompatibilidade. Porém, as cerâmicas sem o suporte de metal são afetadas intensamente pela propagação das trincas intrínsecas na composição desses materiais (SOUZA, OZCAN e MIYASHITA 2011).

Para diminuir a friabilidade dos materiais cerâmicos e aumentar sua resistência, inúmeros avanços na composição e nas técnicas de processamento dos materiais cerâmicos têm sido desenvolvidos, visando a obter restaurações mais estéticas e com melhores propriedades mecânicas (SOUZA, OZCAN e MIYASHITA 2011; MIYASHITA, PELLIZZER e KIMPARA, 2014).

Dentre os materiais cerâmicos, têm-se a cerâmica de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP), também conhecida na literatura como cerâmica “inteligente”, tem a capacidade de modificar a sua microestrutura frente a uma carga ou estresse, dificultando a propagação da fratura, fato responsável pela elevada resistência mecânica desse tipo de cerâmica (>900 MPa). Tal fenômeno é denominado de resistência de transformação. Esta propriedade permite que este material tenha ampla indicação nos tratamentos protéticos restauradores (GUAZZATO et al. 2005; BEUER et al. 2009; BONFANTE et al.2010; KEUPER et al. 2014).

Para confecção de próteses de zircônia, a tecnologia CAD-CAM tem sido empregada e define o desenho de uma estrutura protética em computador (Computer Aided Design) seguido da sua confecção por uma máquina de fresagem (Computer Aided Manufacturing) (ELIAS e SANTOS 2010). Este sistema de processamento de restaurações cerâmicas tem como vantagem a utilização de blocos de cerâmica fabricados industrialmente sob-rígido controle, o que diminui a presença de falhas internas no material, já que possíveis falhas provenientes de mudança de temperatura, pressão e umidade ou de erros humanos são descartadas. Além disso, outras vantagens desse sistema são a rapidez na obtenção da restauração comparada às técnicas convencionais, desnecessária realização de modelos

refratários, baixa taxa de fratura proveniente da alta qualidade dos blocos cerâmicos (GUAZZATO et al. 2005)

Devido à sua microestrutura, que é praticamente composta de fase cristalina, isto é, ausência de fase vítrea (sílica), o condicionamento da superfície desta cerâmica com ácido fluorídrico a 10% não é eficiente já que o ácido tem a função de degradar apenas a fase vítrea. Por este motivo, diversos tratamentos de superfície têm sido propostos para melhorar a união entre a zircônia e o cimento resinoso, dentre os quais se destacam: jateamento da superfície com óxido de alumínio (Al_2O_3), jateamento com óxido de sílica (Si_2O_3) (silicatização - sistemas CoJet / 3MESPE e Rocatec/ 3MESpe, aplicação de primers específicos para zircônia, cimentos resinosos contendo monômeros fosfatos (MDP) em sua composição e algumas técnicas novas, como o glazeamento da superfície de cimentação dessas cerâmicas (MAY et al. 2010; VANDERLEI; BOTTINO e VALANDRO 2014).

A cimentação de uma cerâmica com alto conteúdo cristalino pode ser realizada com cimentos convencionais ou resinosos. Os cimentos resinosos apresentam diferentes composições e indicações (KIM et al. 2011). O emprego de cimentos resinosos com meta-crilóiloxidecil diidro-genofosfato (MDP) em sua composição é considerado fator chave para uma adesão satisfatória deste tipo de agente cimentante a uma cerâmica que contém óxidos metálicos como: cromo, alumínio, titânio e zircônio, este último presente na composição do material cerâmico supra-citado (INOKOSHI et al. 2014).

A eficácia do procedimento de jateamento de uma superfície cerâmica depende do tipo, do tamanho, da pressão e da distância que a partícula é aplicada (MOON et al. 2011). O jateamento com partículas de óxido de alumínio estão disponíveis em tamanhos de 50 a 250um e vem sendo utilizado pelo clínico pela simplicidade de técnica e custo baixo. Essas partículas criam microrretenções na superfície cerâmica, de modo a melhorar a união micromecânica ao cimento resinoso (CASUCCI et al. 2010; MONACO et al. 2011).

No entanto, alguns estudos têm relatado que o jateamento com óxido de alumínio pode gerar microtrincas na superfície da cerâmica, favorecendo a formação de pontos de fragilidade quando este material é submetido a uma determinada carga, levando a uma diminuição da resistência adesiva das cerâmicas de Y-TZP

(SATO et al. 2008). O tipo e o tamanho das partículas utilizadas no jateamento podem afetar os valores de resistência de união uma vez que partículas maiores promovem trincas no material que podem levar a uma falha crítica, e partículas menores, em especial as partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, podem aumentar a resistência adesiva da cerâmica de zircônia mesmo após ciclagem térmica (SOUZA et al.2013).

O jateamento com partículas de alumina revestidas por sílica de 30 ou 110um visa, além de gerar microrrenteções na superfície cerâmica, cria uma superfície com sílica aderida. Devido ao forte impacto que acontece com o jateamento, a camada de sílica que estava sobre a partícula de alumina desprende-se desta e adere-se à superfície da cerâmica, processo denominado silicatização. Esta sílica irá então atuar como modificadora da superfície da zircônia facilitando a união com o cimento resinoso (DE CASTRO et al. 2012). Diversos estudos têm mostrado que a silicatização promove uma melhor união ao cimento resinoso, quando acompanhada de silanização (AKYIL, UZUN e BAYINDIR 2010).

Na literatura ainda não se tem um protocolo definido para cimentação de próteses com infraestrutura de zircônia. Certamente, a busca por procedimentos que visem a aumentar a união entre a zircônia e o cimento tem estimulado o desenvolvimento de diversos estudos fazendo deste tópico um dos mais estudados pela Literatura Mundial. Tal fato se deve a ausência de um tratamento de superfície eficiente, isto é, de algum procedimento que modifique a superfície da zircônia e promova uma excelente união ao agente cimentante em longo prazo.

Diante disto, existe a preocupação em se avaliar os tratamentos de superfície para as cerâmicas com alto conteúdo cristalino visando identificar um protocolo de cimentação que ofereça previsibilidade e longevidade satisfatórias.

2 PROPOSIÇÃO

Esta pesquisa tem como Objetivo:

Geral:

Avaliar a influência da ciclagem térmica sobre a resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica de zircônia estabilizada por ítrio (Y-TZP) submetida a diferentes protocolos de jateamento.

Específico:

- 1- Analisar qualitativamente a morfologia superficial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modo de falha por estereomicroscópio e quantitativamente o ângulo de contato, por meio de um goniômetro; a influência do tratamento com partículas de Al_2O_3 (óxido de alumínio) $50\mu\text{m}$ em uma cerâmica (LAVA All-Ceramic System)
- 2- Analisar qualitativamente a morfologia superficial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modo de falha por estereomicroscópio e quantitativamente o ângulo de contato, por meio de um goniômetro; a influência do tratamento com partículas de Al_2O_3 (óxido de alumínio) $110\mu\text{m}$ em uma cerâmica (LAVA All-Ceramic System)
- 3- Analisar qualitativamente a morfologia superficial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modo de falha por estereomicroscópio e quantitativamente o ângulo de contato, por meio de um goniômetro; a influência do tratamento com partículas de SiO_x (óxido de alumínio revestido por sílica-Cojet) $30\mu\text{m}$ em uma cerâmica (LAVA All-Ceramic System)
- 4- Analisar qualitativamente a morfologia superficial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modo de falha por estereomicroscópio e quantitativamente o ângulo de contato, por meio de um goniômetro; a influência do tratamento com partículas de SiO_x (óxido de alumínio revestido por sílica-Rocatec Soft) $30\mu\text{m}$ em uma cerâmica (LAVA All-Ceramic System)
- 5- Analisar qualitativamente a morfologia superficial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modo de falha por estereomicroscópio e quantitativamente o ângulo de contato, por meio de um goniômetro; a influência

do tratamento com partículas de SiO_x(óxido de alumínio revestido por sílica- Rocatec Plus) 110µm em uma cerâmica (LAVA All-Ceramic System)

- 6- Analisar qualitativamente a morfologia superficial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modo de falha por estereomicroscópio e quantitativamente o ângulo de contato, por meio de um goniômetro; a influência do tratamento com partículas de SiO_x(óxido de alumínio revestido por sílica- Rocatec Plus) 110µm, mais partículas de SiO_x(óxido de alumínio revestido por sílica- Rocatec Soft) 30µm em uma cerâmica (LAVA All-Ceramic System)

Espera-se constatar alterações morfológicas superficiais nas amostras após os diferentes protocolos de jateamento, com a análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), estereomicroscópio e com a mensuração do ângulo de contato através do goniômetro.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Zircônia Tetragonal Policristalina Estabilizada por óxido de ítrio- Y-TZP

Guazzato et al. (2004) relataram que a zircônia Y-TZP tem como característica interessante o mecanismo de tenacificação de transformação de fase induzida por tensão. Quando uma trinca começa a se propagar, essa faz com que as partículas tetragonais próximas a ponta da trinca mantidas metaestavelmente sofram transformação para a fase monoclinica estável, promovendo um aumento volumétrico de 3-4%, que resulta em tensões de compressão que irão se opor à trinca ou dificultar a sua propagação.

Raigrodski (2006), através de um estudo clínico, avaliou a longevidade e possíveis falhas de próteses fixas posteriores de 3 elementos confeccionadas em uma cerâmica a base de óxido de zircônia estabilizada por ítrio (Lava®). Foram preparadas e cimentadas 20 próteses fixas posteriores em 16 pacientes, que não apresentavam o primeiro molar ou segundo pré-molar. Foram feitas análises periódicas dessas restaurações ao longo dos 3 anos. Os resultados demonstraram que 15 restaurações foram classificadas como ótimas em todos os parâmetros. Algumas alterações nas superfícies vestibulares foram encontradas em 5 restaurações, sendo classificadas como regulares no critério de resistência à fratura e uma restauração foi classificada como regular em relação à integridade marginal. Então, foi observado que a taxa de sobrevivência dessas restaurações foi de 100%. Dessa forma o autor concluiu que próteses fixas de 3 elementos posteriores à base de óxido de zircônia estabilizada por ítrio (Lava®) obtiveram ótimos resultados clínicos.

Manicone, Rossi Iommetti e Raffaelli (2007) afirmaram que os tratamentos de superfície podem modificar as propriedades físicas da zircônia sendo que o jateamento pode reduzir sua dureza. Além disso, que a exposição à umidade por período extenso, pode ter efeito deletério em suas propriedades, através de um fenômeno conhecido como envelhecimento da zircônia.

Sailer et al. (2007), em avaliação clínica de 33 PPFs de zircônia (de três a cinco elementos), durante cinco anos, relataram que após três anos, sete PPFs tiveram que ser refeitas e, após cinco anos, doze PPFs foram repetidas, sendo uma

por motivo de fratura da infraestrutura. Considerando todas as complicações (cáries, fratura da porcelana, entre outras), a taxa de longevidade clínica é de apenas 73,9%.

Segundo Denry e Kelly (2008) a introdução de materiais cerâmicos à base de zircônia despertou um interesse da Comunidade Odontológica, pelas propriedades mecânicas incomparáveis a qualquer outro material cerâmico até então. Isso permitiu uma redução considerável na espessura da estrutura das próteses parciais fixas. O uso da zircônia tetragonal estabilizada em temperatura ambiente somente é possível através da adição de óxidos metálicos como a ítria (Y_2O_3), magnésia (MgO) e a céria (CeO). A zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) se tornou uma alternativa popular à alumina como cerâmica estrutural, isto porque, além de ser biocompatível, apresenta maior resistência à flexão e maior tenacidade à fratura.

Della Bona (2009) afirmou que embora a degradação da zircônia, possa ser contínua ao longo do tempo, ainda não se sabe ao certo mensurar se estruturas de zircônia expostas à cavidade bucal, podem ter sua resistência afetada pela degradação em água após 10 ou 20 anos de uso clínico.

Para Vagkopoulou et al. (2009) o Óxido de zircônio (ZrO_2) ou zircônia é um óxido metálico que foi identificado pelo alemão Martin Heinrich Klaproth em 1789. A zircônia pura é uma cerâmica polimórfica que apresenta três formas cristalinas: cúbica, tetragonal e monoclinica. A forma cúbica é estável acima de $2370^{\circ}C$ e tem propriedades mecânicas moderadas. A forma tetragonal é estável entre $1170^{\circ}C$ e $2370^{\circ}C$ e permite uma cerâmica com melhores propriedades mecânicas, enquanto que a forma monoclinica, que é estável à temperatura ambiente até $1170^{\circ}C$, apresenta redução do desempenho mecânico e pode contribuir para uma redução na coesão das partículas cerâmicas e na densidade.

Segundo Ozcan et al. (2011) o zircônio, do francês *zircon* que significa zircão (pedra preciosa natural), é um metal branco acinzentado brilhante muito resistente à corrosão. As cerâmicas odontológicas em zircônia possuem um mecanismo de transformação de fases que aumenta sua dureza em relação às demais cerâmicas, por meio deste fenômeno, a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) atinge resistência à flexão de 900-1200 MPa. Devido a essa característica o uso da zircônia foi ampliado, sendo utilizada também para próteses parciais fixas de 3 a 4 elementos em qualquer área da boca anteriores ou posteriores. A desvantagem deste material é a degradação por envelhecimento a baixas temperaturas e degradação em ambientes aquosos - vapor d'água, umidade e presença de fluídos. Por este motivo, o

procedimento de cimentação é tão importante para a longevidade da união zircônia/dente. O cimento deve impedir que a superfície da zircônia entre em contato com a umidade dos fluídos dentinários e do meio bucal.

De Castro et al. (2012) relataram que na tentativa de melhorar a união entre cimento resinoso e as cerâmicas a base de zircônia, vários tratamentos de superfície alternativos têm sido sugeridos. Dentre os mais comuns, podemos citar: jateamento com partículas de óxido de alumínio, cobertura triboquímica da superfície da cerâmica, utilização de primers contendo monômeros ácidos fosfatados, cimentos resinosos modificados fosfatados ou mesmo a associação dos diferentes métodos. Entretanto esses procedimentos ainda não apresentam resultados de união tão altos e estáveis como os apresentados pelas cerâmicas com alto teor de sílica.

Sabatini et al.(2013) afirmaram que as cerâmicas que possuem em sua composição conteúdo significativo de sílica, podem ser condicionadas com ácido fluorídrico e silano, apresentando adesão aos materiais resinosos, característica vantajosa tanto estética como mecanicamente, melhorando a adaptação marginal, prevenindo trincas e fraturas, além de aumentar a retenção em casos necessários. Entretanto, as cerâmicas com baixo conteúdo de sílica, como a zircônia, não possuem essa capacidade, necessitando de meios alternativos para garantir uma cimentação adesiva.

3.2 Adesão à zircônia Y-TZP: Tratamentos de superfície

3.2.1 Jateamento com partículas de óxido de alumínio (JAT)

Curtis et al. (2006) investigaram a influência do jateamento e do desgaste com pontas diamantadas na resistência à flexão, rugosidade e na modificação de fase de uma cerâmica de Y-TZP (Lava). Foram fabricados 460 discos (diâmetro: 13mm; espessura: 1,5mm) de acordo com a norma ISO 6872. O jateamento com Al_2O_3 foi realizado com partículas de diferentes tamanhos a uma distância de 2cm da cerâmica, durante 5 segundos e pressão de 4,8bar. Já o desgaste foi realizado com pontas diamantadas de granulação grossa (20-40 μ m) e fina (125-150 μ m). Os discos foram divididos aleatoriamente entre os grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento e meio de armazenagem (n=30): A-controle (seco); B- jateamento com Al_2O_3 (25 μ m, seco), C- jateamento com Al_2O_3 (50 μ m, seco), D- jateamento com Al_2O_3

(110 μ m, seco), E- controle (água 37 $^{\circ}$ C); F- jateamento com Al₂O₃ (25 μ m, água 37 $^{\circ}$ C), G- jateamento com Al₂O₃ (50 μ m, água 37 $^{\circ}$ C), H- jateamento com Al₂O₃ (110 μ m, água 37 $^{\circ}$ C), I- Desgaste com ponta diamantada (20-40 μ m, seco), J- Desgaste com ponta diamantada (125-150 μ m, seco), K- Desgaste com ponta diamantada (20-40 μ m, água 37 $^{\circ}$ C), L- Desgaste com ponta diamantada (125-150 μ m, água 37 $^{\circ}$ C). Análises de difração de Raios-X e da rugosidade foram realizadas em seguida. Após 24h, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial. Os resultados demonstraram que a rugosidade não foi afetada pelo jateamento e nem pelo desgaste com pontas diamantadas, comparado ao grupo controle ($p>0.05$). O meio de armazenagem não influenciou a resistência à flexão deste tipo de cerâmica ($p>0,05$). Os regimes de jateamento com Al₂O₃ não afetaram a resistência da cerâmica em relação ao grupo controle (A- 1.267 \pm 161MPa; E- 1.308 \pm 188MPa), seja após a armazenagem em ambiente seco (B- 1.269 \pm 128 MPa; C- 1.319 \pm 129 MPa; D- 1.260 \pm 118 MPa) ou em água (F- 1.226 \pm 153 MPa; G- 1.211 \pm 144 MPa; H- 1.222 \pm 135 MPa), embora tenha causado um aumento da camada residual de compressão, devido à modificação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica. Entretanto, a análise em MEV revelou que os regimes de jateamento utilizados danificaram a superfície da cerâmica, causando marcações em forma de crateras. Já o desgaste com brocas de granulação grossa (J- 1.057 \pm 179MPa; L- 1.074 \pm 193MPa) causou uma redução significativa nos valores de resistência comparado aos grupos de granulação fina (I- 1.319 \pm 165MPa; K- 1.210 \pm 156MPa) e aos controles. Estes resultados são explicados devido ao elevado dano causado por este procedimento na superfície da cerâmica como a formação de largas e profundas ranhuras. Adicionalmente, a análise de Weibull revelou que, em comparação ao grupo controle, o jateamento aumentou o módulo de Weibull (m), isto é, a probabilidade de sobrevivência, para todos os grupos, independente do tamanho da partícula utilizada.

Lindgren *et al.* (2008) pesquisaram os efeitos de pré-tratamentos: jateamento com óxido de alumínio, Metal Primer II (Ivoclar Vivadent – AG, Schaan, Liechtenstein) e Ceramic Primer™ (3M - St Paul, MN, EUA); e envelhecimento em água sobre a força de união da zircônia (Denzir® Hot isostatic pressed HIPed - Cad.esthetics AB, Skellefteå, Suécia) com cimento resinoso (RelyX UNICEM). As amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento antes e depois do jateamento, e antes e depois do envelhecimento (armazenamento em água destilada a 37 $^{\circ}$ C por 180 dias no

escuro). Os resultados obtidos foram: antes do envelhecimento não houve diferenças significantes ($p > 0,05$) nos valores de adesão; jateamento e aplicação de Metal ou Ceramic Primer melhoraram significativamente a força de união comparados com o grupo que não recebeu nenhum tratamento; depois do envelhecimento a força de união dos espécimes jateados seguidos da aplicação do Metal Primer foi significativamente maior do que o grupo com jateamento e Ceramic Primer. Os espécimes que foram jateados e associados com o Metal Primer não foram afetados significativamente pelo envelhecimento, nos grupos com Ceramic Primer e sem *primer* os valores diminuíram de forma significativa. Portanto, pré-tratamento com jateamento e Metal Primer parece ser um método apropriado para melhorar a força de união.

Re et al. (2008) avaliaram a resistência de união ao cisalhamento (SBS) de dois cimentos resinosos em superfícies da zircônia de dois fabricantes após três métodos de tratamentos de superfície. Quarenta amostras de discos de zircônia (15mm de diâmetro e 2,5 milímetros de espessura) do fabricante (Lava, 3M ESPE) e 40 amostras de zircônia de outro fabricante (Cercon, Dentsply), foram aleatoriamente divididos em quatro grupos de tratamento (20 amostras por grupo, 10 para cada fabricante): nenhum tratamento (No_T), jateamento com $50\mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ (S_50), jateamento com $110\mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ (S_110), e revestimento com sílica Rocatec e silanização (ESPE-Sil, a 3M ESPE) (Roc). Um anel de metal de 5mm foi fixado sobre a zircônia e encheu-se de um dos dois diferentes cimentos resinosos (RelyX Unicem, 3M ESPE e Panavia F 2.0, Kuraray). Um teste de resistência ao cisalhamento SBS foi avaliada utilizando uma máquina universal de ensaios (LR30K PLUS) e examinados em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) para determinar a morfologia da superfície. Nas amostras de lava, os três métodos de tratamento de superfície testadas não aumentaram a resistência de união do Panavia comparado ao grupo controle ($P = 0,195$); No RelyX Unicem usando, S_50 e Roc, a média SBS, os valores foram significativamente superiores para No_T ($P = 0,0048$ S_50; Roc $P < 0,001$). Para superfícies tratadas no Lava com Rocatec, houve uma diferença estatisticamente significativa entre os dois cimentos utilizados na cimentação (Unicem $11,39 \pm 2,19$; Panavia $8,56 \pm 1,17$; $P = 0,002$). Sobre os espécimes Cercon, houve uma diferença significativa entre a Unicem e Panavia e grupo controles (No_T Unicem $1,48 \pm 1,19$, No_T Panavia $4,60 \pm 2,75$, $P = 0,004$). Conclusão, todos os tratamentos de superfície aumentaram a resistência de união do cimento resinoso RelyX Unicem a

ambos os substratos de zircônia. Não foram observadas alterações estatisticamente significativas usando Panavia com Lava. O Jateamento com 110 μ m de Al₂O₃ aumentou a força de adesão do Panavia com Cercon.

Cavalcanti et al. (2009) avaliaram a influência de tratamentos de superfície e primers metálicos na resistência de união da zircônia (Y-TZP). As amostras de zircônia (Cercon-Degudent) foram divididas em 3 grupos (n=80), de acordo com tratamento de superfície: sem tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio e irradiação com laser YAG. Após esse processo, cada grupo foi subdividido em quatro grupos (n=20): sem tratamento, aplicação de um primer à base de MDP/VBATDT (Alloy Primer- Kuraray), aplicação de um primer à base de MEPs (Metal Primer II-GC Corporation) e aplicação de primer à base 6 MTU (Metalite- Tokuyama Dental Corporation). Após os tratamentos de superfície e aplicação dos primers, cada grupo (n=20) foi dividido em de acordo com o cimento à base de Bis-GMA (Calibra-Dentsply). Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de micro-cisalhamento, 24h após a cimentação. Concluíram que: o jateamento aumentou a resistência de união para ambos os cimentos; os corpos de prova jateados e irradiados com laser apresentaram maiores valores para o cimento à base de Bis-GMA, quando comparados ao cimento que contém MDP; nas superfícies sem tratamento os cimentos se comportaram de maneira semelhante; os primers metálicos aumentaram a resistência de união, independente do cimento e do tratamento; o jateamento e primers metálicos aumentaram a resistência de união para a zircônia.

Akyil, Uzun e Bayindir (2010) pesquisaram diferentes tratamentos de superfície (jateamento, revestimento de sílica e uso de lasers CO₂, Nd:YAG e Er:YAG - que foram aplicados isoladamente e após jateamento – seguidos de silanização). Os discos de zircônia (95% ZrO₂ estabilizado com 5% Y₂O₃) foram cimentados com Clearfil, armazenados em água destilada a 37°C por 24h e depois submetidos a termociclagem 5°C a 55°C por 500 ciclos, 30s em cada banho. Os resultados obtidos foram: jateamento com óxido de alumínio 110 μ m e revestimento de sílica (Cojet) foram os métodos de tratamento de superfície mais eficazes; o uso do laser Er: YAG e de CO₂ podem aumentar a resistência de união, por sua vez o laser Nd: YAG pode diminuir a força de união. O laser CO₂ ou Er: YAG após jateamento diminuem a resistência de união, mas Nd: YAG pode aumentá-la.

Casucci et al. (2010) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos quimio-mecânicos de superfície na morfologia de três cerâmicas de zircônia. Discos de cerâmica (10mm×1mm) foram obtidos a partir de três cerâmicas de zircônia sinterizadas (Lava™, Cercon® e Aadvia Zr) e tratados com: (1) abrasão de partículas de 125µm de Al₂O₃ por 10s em 0,41-0,68MPa a uma distância de 20mm. (2) condicionamento com ácido fluorídrico a 5% (30 min). (SIE), (3) solução contendo HCl e FeCl₃ (100°C) quente aplicada por 30 min (ST), (4) sem tratamento (C). Cinco discos por grupo foram usados para análise da rugosidade superficial utilizando um microscópio de força atômica (AFM). Os dados foram analisados estatisticamente pelo teste de Kruskal-Wallis, análise de variância e teste de Mann-Whitney ($\alpha < 0,05$). Os mesmos discos foram avaliados em MEV para análise da topografia da superfície. A abrasão de partículas de ar melhorou a rugosidade média da superfície do Cercon® e Lava (p < 0,05), enquanto SIE induziu alterações significativas na Lava e Zr Aadvia. Diferença estatística na rugosidade da superfície foram registrados após o condicionamento ácido quando comparado a nenhum grupo tratado, independentemente do tipo de zircônia. Análises MEV e AFM revelaram mudanças na topografia da superfície para todas as cerâmicas testadas e abertura de espaços, especialmente depois de ST. A eficácia dos tratamentos quimio-mecânicos de superfície testados depende do tipo de zircônia. O ataque ácido quente aumentou a rugosidade da superfície de todas as cerâmicas testadas criando retenção, micro-espaços que podem potencialmente melhorar a força de cimentação dos cimentos resinosos à zircônia.

Para Guess et al. (2010) o tratamento de superfície jateamento/abrasão a ar é recomendado para aumentar a retenção micro mecânica e durabilidade da ligação cimento/zircônia. No entanto, os efeitos a longo prazo da influência deste procedimento na estabilidade da zircônia ainda não são conhecidos. Micro-trincas podem surgir na superfície ou na sub-superfície da zircônia após o tratamento de jateamento, prejudicando a adesão.

Zhang, Masumi e Song (2010) investigaram a resistência ao cisalhamento entre cimentos de ionômero de vidro reforçados por resina e zircônia. Discos de zircônia foram jateados com partículas de Al₂O₃ (110µm, 15s, pressão de 0,4, distância de 10mm) e divididos em 3 grupos de acordo com o tipo de cimento (RelyX Luting, Fuji Plus – cimentos de ionômero de vidro reforçados por resina; e Panavia F®

– cimento resinoso como grupo controle). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 2h, metade dos espécimes de cada grupo foram submetidos a termociclagem (20000 ciclos 5-55°C por 66 h cerca de 28 dias). A resistência ao cisalhamento inicial para os dois cimentos de ionômero reforçados por resina foi de 17,33 ± 3,53 MPa (RelyX Luting) e 16,68 ± 2,76 MPa (Fuji Plus) e diminuíram significativamente após termociclagem 7,62 ± 2,17 MPa e 4,65 ± 2,02 MPa respectivamente. No grupo controle a resistência inicial foi de 26,25 ± 5,61 MPa e após termociclagem não houve diferença significativa (23,1 ± 4,27). As falhas de adesão dos cimentos de ionômero de vidro foram na grande maioria adesivas entre o cimento e a zircônia. Este tipo de cimento não ofereceu uma união estável à zircônia jateada após termociclagem, não existiu ligação química durável ou ligação mecânica com a zircônia.

Kim et al.(2011) pesquisaram a resistência ao cisalhamento de vários cimentos (Fuji I, Ketac Cem Easymix, Fuji Plus, RelyX Luting, Principle, Ionotite, Panavia F 2.0 e RelyX Unicem) à zircônia previamente tratada com jateamento. Todos os espécimes foram armazenados em água a 37°C por 48h, metade dos corpos de prova de cada grupo foi submetido a termociclagem (10000 ciclos) antes do teste de cisalhamento. Os cimentos Panavia F 2.0 e Principle apresentaram os maiores valores de adesão sem mudanças significantes antes e depois da termociclagem. Todos os espécimes que foram descolados apresentaram falha adesiva.

Kulunk et al. (2011) pesquisaram o efeito do tratamento de jateamento na superfície da cerâmica zircônia com diferentes tipos partículas, tamanhos e formas. As superfícies dos espécimes de zircônia foram jateados com 5 partículas diferentes: 30µm de partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica; 1-3µm de partículas de diamante sintético; 110µm de partículas de óxido de alumínio; 30-50µm diamante sintético; e 60-80µm de partículas de nitreto de boro cúbico. O grupo controle não recebeu nenhum tipo de tratamento. Todos os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h e termociclados por 6000 ciclos. Após o teste de cisalhamento concluíram que o jateamento com partículas de diamante sintético com tamanho de 30-50µm, 60-80µm de nitreto de boro cúbico e partículas de oxido de alumínio de 110µm mostraram os melhores valores de força de adesão que os outros métodos.

Monaco et al. (2011) testaram a resistência de união entre cimento resinoso (RelyX Unicem) e zircônia Y-TZP, submetida a diferentes tratamentos de superfície. Os grupos foram divididos em: 1- controle sem nenhum tipo de tratamento; 2- tratamento triboquímico (cobertura com sílica 30 μ m SiO₂) antes da sinterização; 3- jateamento com 50 μ m de Al₂O₃ antes da sinterização; 4- jateamento com 110 μ m de Al₂O₃ antes da sinterização; 5- jateamento com 50 μ m de Al₂O₃ depois da sinterização. Após a preparação dos corpos de prova, cilindros de resina composta foram imediatamente cimentados aos discos de zircônia. Os resultados obtidos após o teste de cisalhamento apresentaram diferenças estatísticas significantes entre os grupos (grupo1 = 4,7 \pm 0,8, grupo 2 = 4,6 \pm 0,9, grupo 3 = 6,4 \pm 1,0, grupo 4 = 6,5 \pm 1,8, grupo 5 = 6 \pm 1,3, valores em MPa e médias respectivamente). Fraturas adesivas entre o cimento e zircônia foram as mais comuns. O tratamento de superfície com jateamento antes e após a sinterização proporcionou um aumento significativo na resistência de união. Já o revestimento com sílica (tratamento triboquímico) antes da sinterização não foi eficaz para melhorar a força de ligação entre a zircônia e o cimento resinoso. Uma das limitações deste estudo foi não pesquisar os efeitos do envelhecimento na interface cimento / zircônia. Com o intuito de melhorar a resistência de união entre os cimentos resinosos e as próteses com estrutura em zircônia, o JAT é sugerido por alguns trabalhos, podendo apresentar partículas abrasivas com tamanhos de 50 a 250 μ m. Este tratamento tem como finalidade aumentar a rugosidade da zircônia, criando microrretenções e aumentando a área de contato com o cimento.

Moon et al. (2011) devido à metaestabilidade tetragonal da zircônia, o estresse gerado pelas partículas de óxido de alumínio induziria a transformação de fase da zircônia t \rightarrow m, com aumento volumétrico levando a formação de tensões de compressão na superfície e aumentando, assim, a resistência à flexão, mas também alterando a integridade do material e aumentando sua susceptibilidade ao envelhecimento. Ou seja, com o aumento volumétrico, os cristais de zircônia acabam se deslocando, criando espaço no material, possibilitando a entrada de fluidos da cavidade oral, o que, ao longo prazo, desencadearia uma reação em cadeia, com indução dos cristais mais internos a transformação de fase, diminuindo a resistência do material. Estes autores estudaram também o efeito da ordem de preparação na estrutura da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por itrío (Y-TZP) – através do jateamento com partículas de óxido de alumínio antes e depois da sinterização - e

sua resistência de união a cimentos dentários (Clearfil SA luting cement, Zirconite, Superbond C&B, Rely-X Unicem, e Multilink). Os espécimes foram cimentados e submetidos a termociclagem 5000 ciclos (5-55°C com tempo de armazenamento de 30s) e levados ao teste de cisalhamento. O jateamento da zircônia aumenta significativamente os valores de resistência ao cisalhamento dos cimentos resinosos, mas a ordem de preparação (jateamento antes e após sinterização) não teve influência significativa na resistência ao cisalhamento em ambos os grupos. O grupo que foi jateado antes da sinterização apresentou menos estruturas monoclinicas do que o grupo que foi jateado após sinterização. Fato este que pode ser explicado pelo processo de transformação inversa monoclinica-tetragonal, que ocorre durante a sinterização. Dentro das limitações deste estudo, conclui-se que o jateamento pré-sinterização possui várias vantagens. Em primeiro lugar, produziu rugosidade da superfície de zircônia com depressões e projeções arredondadas, já que o jateamento após sinterização pode produzir projeções afiadas e pontiagudas, como arestas que podem causar o início da propagação de trincas na zircônia e no cimento e aumentando o potencial de fratura. Em segundo lugar, melhorou as propriedades mecânicas da zircônia pelo aumento da quantidade de estruturas tetragonais após a sinterização. Em terceiro lugar, reduziu o tempo de fabricação total das restaurações de zircônia, porque o tempo de tratamento de aquecimento pode ser reduzido pela diminuição da fase monocíclica obtida durante o processo jateamento pré-sinterização. No entanto, existe a possibilidade deste tratamento prejudicar a margem de zircônia e ocorrer a incorporação de partículas de óxido de alumínio para o interior cerâmica. Além disso, esta técnica é sensível e exige precauções. Portanto, mais pesquisas devem ser realizadas para estabelecer o protocolo exato sobre a distância do jateamento, a pressão, o tempo e limpeza. Ensaio clínicos devem ser realizados para demonstrar o efeito á longo prazo do protocolo de preparação.

Gomes et al.(2013) relataram que o jateamento com óxido de alumínio aumenta a área e a energia de superfície para adesão do cimento resinoso e tem o intuito de promover microrretenções mecânicas que auxiliam na fixação do cimento a superfície.

A aplicação de primers contendo monômeros fosfatados, associada ao jateamento, também tem sido sugerida por Roman-Rodriguez et al. (2013) para melhorar a capacidade de adesão. Os monômeros fosfatados têm sido reportados como agentes químicos promissores no aumento das propriedades adesivas das

cerâmicas com baixo teor de sílica, pois o grupo funcional éster combinar-se-ia diretamente aos óxidos metálicos. Esses agentes são chamados de primers de metal ou primers de zircônia.

3.2.2 Silicatização

Kern e Wegner (1998) o condicionamento com ácido fosfórico ou ácido fluorídrico são métodos frequentemente recomendados para modificar as superfícies das cerâmicas à base de sílica em superfícies rugosas, o que melhora a molhabilidade e aumenta a área de superfície para união mecânica. Infelizmente, aplicações de ácido fosfórico ou ácido fluorídrico não podem ser usadas efetivamente nas cerâmicas à base de óxido, como zircônia, pois a obtenção de rugosidade para retenção mecânica é difícil. A ausência de sílica também impede a ligação química entre sílica-silano, necessária para silanização.

Piowarczyk, Lauer e Sorensen (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento de 11 diferentes tipos de cimentos a uma zircônia (Y-TZP), após a utilização de dois tratamentos de superfície. As amostras de zircônia (sistema Lava 3M- ESPE) foram divididas em 2 grupos de acordo com tratamentos de superfície: jateamento com partículas de óxido de alumínio 110µm e tratamento triboquímico (Sistema Rocatec 3M- ESPE). Para cada tratamento foram utilizados 11 cimentos, variando conforme a classe: cimento de fosfato de zinco (Fleck's zinc cement- Mizzy Inc), 2 cimentos de ionômero de vidro convencionais (Fuji I - Gc Corp, Ketac-Cem - 3M- ESPE), 3 cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (Fuji Plus-Gc Corp, Fuji Cem- Gc Corp, Relyx Luting- 3M-ESPE), 4 cimentos resinosos convencionais (Relyx ARC- 3M- ESPE, Panavia F- Kuraray, Variolink II- Ivoclar Vivadent, Compolute-3M- ESPE) e 1 cimento resinoso auto-adesivo (Relyx Unicem - 3M- ESPE). Os cimentos resinosos utilizados são de dupla polimerização e foram utilizados com e sem ativação com luz. Realizados os procedimentos de cimentação, metade de cada grupo foi testada, a primeira 30 minutos depois e a outra metade foi armazenada por 14 dias e termociclada (1000 ciclos). Os autores concluíram que não é possível alcançar uma resistência de união entre a zircônia utilizando cimento de fosfato de zinco, cimento de ionômero de vidro convencional e modificado por resina,

resultando ser instável essa união após armazenagem, dentro dos grupos de cimentos resinosos os valores variaram bastante, o Relyx Unicem apresentou os maiores valores, demonstrando que a presença de monômeros ácido fosfórico metacrilato em sua composição contribuem para uma maior união com a zircônia; o tratamento triboquímico associado ao cimento adesivo apresentou os maiores valores, após o envelhecimento.

Considerando que cimentos resinosos requerem tratamentos de superfície prévios a cimentação, Atsu et al. (2006) testaram a hipótese de que o jateamento com partículas revestidas por sílica (Cojet 3M-Espe), juntamente com a aplicação de silano (Clearfil Porcelain Bond Activator) e adesivo (Clearfil Liner Bond 2V) que contém MDP aumenta a força adesiva entre a cerâmica de óxido de zircônia e um cimento à base de MDP (Panavia F[®]), através de teste de cisalhamento. Amostras de cerâmica de zircônia (Cercon) foram jateadas com partículas de 125µm de Al₂O₃ e, posteriormente, foram limpas em ultrassom com álcool isopropílico a 96% por 3 minutos. Passaram, então, por diferentes tratamentos de superfície, formando 6 grupos: o grupo 1 não apresentou qualquer outro tratamento de superfície; o grupo 2 aplicação de silano; no grupo 3 foi aplicado o agente adesivo e silano; o grupo 4 sofreu apenas a silicatização; o grupo 5 foi silicatizado seguido pela aplicação de silano; e o grupo 6 foi silicatizado seguido pela aplicação de agente adesivo e silano. Cilindros de resina composta (3mm de diâmetro) foram cimentados nas amostras de zircônia com o Panavia F[®] e submetidos a teste de cisalhamento, após serem armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. As médias (MPa) obtidas para os grupos 1,2,3,4,5 e 6 foram, respectivamente, 15,7; 16,5; 18,8; 21,6; 21,9; 22,9. Observou-se que quando da aplicação do Cojet[®] houve um aumento significativo nos valores de resistência e isto foi explicado devido a ligação química entre as partículas de sílica na superfície da cerâmica e o agente silano. Dessa forma, obteve-se o maior valor quando se associou o sistema de silicatização aos agentes adesivos e ao silano, confirmando a, hipótese testada. Os grupos que obtiveram os menores valores apresentaram falha do tipo adesiva (na interface), enquanto os grupos com maior resistência apresentaram falhas mistas ou coesivas no cimento.

Della Bona et al. (2007a) testaram a hipótese de que o sistema de silicatização resulta em maiores valores de resistência de união do que outros tratamentos de superfície. Três tratamentos de superfície foram avaliados: condicionamento com

ácido fluorídrico a 9,5% (Ultradent Dental Products), jateamento com partícula de óxido de alumínio de 25 μ m (Hanbiblaster- Chameleon Dental Products) e silicatização com sistema cojet (3M-ESPE). Aplicou-se um agente silano e um adesivo em todos os corpos de prova. Cilindros de resina composta com 3,5mm de diâmetro foram construídos sobre a superfície tratada da cerâmica. Houve diferença estatística entre os três tratamentos de superfície, sendo que o jateamento com óxido de alumínio revelou valores significativamente maiores (7,6MPa para tração e 13,9MPa para cisalhamento) que o condicionamento ácido (3,5MPa para tração e 10,4 MPa para cisalhamento), já os valores do sistema de silicatização atingiram os maiores valores (10,4MPa para tração e 21,6MPa para cisalhamento), em ambos os testes. A análise em microscopia de luz demonstrou que todos os espécimes fraturaram na interface adesiva, independentemente do teste utilizado. Os autores chegaram à conclusão de que a silicatização aumenta a resistência adesiva em ambos os testes e que, apesar dos valores obtidos serem diferentes para cada um, a média entre os valores é similar para os dois testes.

Heikkinen et al. (2007) relataram que o aumento da pressão utilizada durante a aplicação da cobertura triboquímica também pode ter influência direta na resistência de união devido à maior quantidade de sílica depositada. O aumento da pressão de ar, que aumenta a energia cinética das partículas, causa também um aumento na rugosidade de superfície e no número de partículas que entrarão em contato com a mesma. Contudo, existem questionamentos sobre o possível dano micro-estrutural que um aumento da pressão poderia causar.

O efeito de tratamentos de superfície na resistência de união entre cimento e zircônia também pôde ser avaliado por Amaral et al. (2008). Blocos de Y-TZP (24) foram randomicamente divididos em três grupos, de acordo com o tratamento de superfície empregado: jateamento com partículas de 110 μ m de Al₂O₃; jateamento com o sistema Rocatec® seguido de silanização; jateamento com Cojet® seguido de silanização, sendo que para os três tipos de partículas utilizadas o mesmo protocolo de jateamento foi utilizado, com jato perpendicular à superfície da cerâmica, a uma distância de 10mm, por 15 segundos, a uma pressão de 2,8bar. Após análise das fotomicrografias obtidas em MEV, observou-se que os padrões topográficos da superfície dos espécimes, após os três métodos de tratamento, apresentaram semelhança com partículas de areia ligadas à superfície. O tratamento baseado na

cobertura triboquímica por sílica (Cojet[®]:25.1 ±11 MPa e Rocatec[®]:24.1±7 MPa) resultou em valores de resistência de união estatisticamente superiores comparado ao jateamento com Al₂O₃ (17.5±8 MPa).

A zircônia é um material com capacidade de substituir o metal usado nas próteses metalocerâmicas. Infelizmente, apresenta como desvantagem a adesão inferior aos cimentos resinosos, comparadas às cerâmicas convencionais. A zircônia é composta por uma microestrutura cristalina livre de vidro, caracterizando-se em um material ácido resistente. Os valores de adesão alcançados com os *primers* de metal não são sempre favoráveis, principalmente porque apresentam uma força de ligação alta em circunstâncias secas, mas após termociclagem apresentam uma redução de 30-90%. A força de união entre os cimentos resinosos e zircônia não é durável e nem estável. Ozcan et al. (2008) avaliaram o efeito de tratamentos de superfície em laboratório (Rocatec), e realizados em consultório (jateamento com partículas de óxido de alumínio 50µm) sobre a adesão de um cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2.0) e zircônia após termociclagem. Não foram encontradas diferenças estatísticas entre os grupos.

Nothdurft, Motter e Pospiech (2009) estudaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento da zircônia, utilizando cimentos contendo monômero fosfatado (Panavia EX, Panavia F2.0 e Relyx Unicem) e outros que não apresentavam monômero fosfatado em sua composição (Bifix QM, Dual cement, Duo Cement Plus, Multilink Automix, ParaCem Universal DC, PermaCem Smartmix, Relyx ARC, Variolink Ultra e Variolink II). Antes dos procedimentos de cimentação sobre a superfície cerâmica (Dizigon-A). As amostras foram divididas em doze grupos (n=30). Todas as amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 100µm e, em seguida, três protocolos de cimentação diferentes foram utilizados para cada cimento: Sem tratamento adicional; silicatização com sistema rocatec que emprega partículas de óxido de alumínio de 30µm modificadas por sílica, silicatização mais silanização com ESPE Sil. Os corpos de prova foram armazenados até o teste de cisalhamento por 48h. Os cimentos que contêm monômeros fosfatados apresentaram uma resistência média estatisticamente maior do que os cimentos sem esse monômero, com exceção dos cimentos Bifix QM e Multilink Automix, que utilizaram silano e primer específico do sistema. O sistema de silicatização promoveu um aumento significativo na resistência dos cimentos sem fosfato. Os autores concluíram que, apesar dos diferentes tratamentos de superfície

aumentarem a resistência adesiva à zircônia, o principal fator para atingir uma resistência adesiva satisfatória à zircônia, é a escolha correta do cimento.

Lorente et al.(2010) determinaram a rugosidade da superfície e a perda de material de uma cerâmica de Y-TZP antes e depois de jateamento e caracterizaram as mudanças na composição da superfície do elemento e as transformações de fase após o tratamento. 18 espécimes em forma de barras usinadas de zircônia (Zeno, Wieland) de 40mm×3mm×5mm foram subdivididos em três grupos. Depois do jateamento em sua porção média com partículas de 30µm revestidas de sílica alumina (CoJet TM Sand, 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha) por 10, 20 e 30s, respectivamente, metade das espécimes de cada grupo foram limpos com ultra-som em etanol por 10 min. A outra metade foi lavada em spray de água por 10s. A rugosidade superficial foi medida usando um perfilômetro eletro-mecânico. A composição das amostras foi obtida por energia dispersiva de raios-X, espectroscopia(EDS). Difração de raios X (XRD) foi utilizado para determinação das transformações de fase. A média Ra (rugosidade da superfície) aumentou significativamente de 0,24 para 0,32-0,38µm após o jateamento. Os parâmetros de rugosidade maiores foram obtidos para as amostras de água pulverizada e amostras jateados por 30s. Perda de material variou entre 1 e 3µm por 30s de jateamento. As fases tetragonal e cúbica foram identificada nos espécimes. A duração do jateamento não influenciou significativamente as porcentagens atômicas de Si ou Al. Valores significativamente menores para os dois Si e Al foram observados, após a limpeza ultra-sônica.O jateamento com Sand CoJet resultou em um aumento da rugosidade da superfície, uma remoção de no máximo 3µm de material e revestimento da superfície com submicron de sílica e partículas de alumina.

May et al. (2010) avaliaram a influência do revestimento com sílica e MDP primer na durabilidade de ligação de um cimento resinoso à base de MDP com uma cerâmica de zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Y-TZP). Foram confeccionadas 96 guias de Y-TZP embutidas em resina acrílica com superfícies livres para adesão (5x5mm²) finalizados e randomizados em 4 grupos (n=24) de acordo com as condições da superfície cerâmica: (1) limpo com isopropanol (ALC); (2) ALC + ácido fosfórico + aplicação primer base-MDP (MDP- primer); (3) revestimento com sílica + 3-MPS agente de aplicação de acoplamento (SiO₂+MPS-Sil); e (4) SiO₂ + MDP-

primer. O cimento resinoso à base de MDP foi aplicado na superfície tratada usando um molde cilíndrico (3mm de diâmetro). Metade dos espécimes de cada grupo foram estocados em água destilada (37°C, 24horas) antes do teste. Outra metade dos espécimes foram estocados por 90 dias e termociclados 12.000 ciclos (90dias/TC). O teste de resistência adesiva ao cisalhamento foi realizado a uma velocidade 0,5mm/min. Dois fatores compuseram o projeto experimental: estratégia do condicionamento cerâmico (em 4 níveis) e condições de estocagem (em 2níveis), totalizando 8 grupos. Após 90 dias/TC (Tukey $p < 0,05$), SiO₂ + MDP-primer (24,4 MPa) promoveram maior resistência ao cisalhamento. Os grupos ALC e MDP-primer soltaram-se espontaneamente durante 90 dias/TC. O revestimento com sílica seguido do uso do agente de união MDP-base foi a melhor opção entre as alternativas testadas para unir a Y-TZP ao cimento resinoso MDP-base. O revestimento com sílica apresentou uma relevante influência sobre a resistência adesiva e durabilidade adesiva.

Para Passos et al. (2010) a longevidade da interface cimento resinoso / Y-TZP depende do tipo de agente cimentante. Blocos de cerâmica Y-TZP foram envolvidos por resina acrílica e divididos aleatoriamente em 2 grupos baseado no tratamento de superfície: 96% isopropanol e revestimento triboquímico com sílica seguido de silanização. Foram utilizados os cimentos Panavia F 2.0, Variolink II, RelyX U100 e Maxcem. Depois de 24h, metade dos espécimes de cada grupo foram submetidos ao teste de cisalhamento. Os espécimes remanescentes foram testados após 90 dias de armazenamento em água a 37°C e termociclagem (12000 ciclos 5-55°C). Os grupos que foram somente limpos com álcool apresentaram os mais baixos valores de adesão (24h), e esses valores reduziram após envelhecimento. Os grupos com revestimento de sílica e silanização apresentaram os maiores valores de adesão em ambos os armazenamentos (24h ou 90 dias + termociclagem).

Qeblawi et al. (2010) observaram a influência do tratamento mecânico na resistência à flexão da zircônia (Y-TZP) e o efeito de tratamentos mecânicos e químicos na resistência de união entre a zircônia e um cimento resinoso. Para avaliar a resistência á flexão, os espécimes de zircônia (IPS e Max ZirCAD-Ivoclar Vivadent) foram divididos em 4 grupos (n=16): sem tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50µm, silicatização (partículas de óxido de alumínio de 30µm modificadas por sílica) e abrasão manual com instrumento rotatório sob irrigação. O

teste de resistência à flexão foi realizado 24h após armazenamento das amostras em água a 37°C. Para avaliar a resistência ao cisalhamento, amostras de zircônia foram divididas em 16 grupos (n=12). Cada grupo foi submetido à combinação de tratamentos químicos (controle-sem tratamento, condicionamento com ácido fluorídrico e silanização, apenas silanização, aplicação de primer para zircônia) e mecânicos (sem tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, silicatização e abrasão manual com instrumento rotatório sob irrigação), de modo que todos foram cimentados com o cimento resinoso Multilink Automix (Ivoclar-Vivadent). Concluída a armazenagem, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. Para analisar o envelhecimento artificial, os grupos que obtiveram os maiores valores foram duplicados, armazenados por 90 dias e termociclados (6000 ciclos). Os autores identificaram que o jateamento com óxido de alumínio e abrasão manual aumenta significativamente a resistência à flexão. Quanto ao teste de cisalhamento, os valores de resistência que foram encontrados: silicatização + silanização >abrasão manual + zircônia primer >jateamento + silanização> zircônia primer >jateamento + zircônia primer. O envelhecimento artificial resultou em diminuição significativa na resistência de união. Concluíram que a modificação mecânica na superfície da zircônia aumenta a resistência à flexão, tratamentos de superfície melhoraram a união do cimento resinoso à zircônia. E, que a combinação de condicionamentos químicos e mecânicos são essenciais para uma união duradoura entre a cerâmica e cimento resinoso.

Segundo Attia (2011) devido á ausência de sílica nas cerâmicas a base de zircônia, técnicas de cobertura da superfície cerâmica com esse material, associada posteriormente à silanização da mesma superfície, têm sido indicadas para proporcionar adesão química eficiente à zircônia. A aplicação de uma cobertura triboquímica de sílica é uma prática simples para cobrir metais nobres, cerâmicas a base de alumina e de zircônia. Sistemas como o Cojet e o Rocatec (3M Espe, Seefeld, Germany) são os exemplos comerciais mais conhecidos para essa finalidade.

Para Chai, Chu e Chow (2011) o jateamento seguido pelo rocatec é considerado por alguns autores como tratamento padrão ouro quando se busca maior adesão em zircônia. Para este tipo de abrasão faz-se uso de partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, podendo se utilizar dois tamanhos de partículas, 30 ou

110µm. o objetivo deste tratamento seria formar uma fina camada de sílica na superfície das cerâmicas com grupamento hidroxila livre suficiente para o silano poder agir como elemento de ligação entre a zircônia e o cimento. Somando a isso, esta também criaria retenções micromecânicas. Esta camada de sílica seria resultado do impacto das partículas de óxido de alumínio recobertas por sílica, levando a fusão de uma fina camada de sílica de aproximadamente 15µm. Para este autor, não foram observadas diferenças no aumento da rugosidade quando comparadas ao grupo controle.

Chen et al. (2011) avaliaram a técnica de revestimento de sílica (Cojet) com associação de agentes silanos ou *primers* (contendo monômeros fosfatados ou não) para a adesão das cerâmicas em zircônia. Discos de zircônia foram submetidos a diferentes tipos de tratamentos: as superfícies foram polidas e jateadas pelo sistema Cojet ou com partículas de alumina e tratadas com os seguintes compostos: ESPE Sil, AZ Primer, Metal/Zirconia Primer, Clearfil Ceramic Primer, Monobond Plus, Exp Z-Prime e cimentadas com Choice 2 ou Panavia F 2.0. Após os tratamentos de superfície os espécimes foram armazenados em água deionizada por 2h a 37°C e levados ao teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que o cimento resinoso que não contém MDP não teve nenhuma força de ligação à zircônia polida, enquanto o cimento resinoso com MDP teve uma resistência de união suave. Após o jateamento com Cojet ou alumina houve aumento na força de adesão. A aplicação do agente silano isolado não aumentou a força de união, no entanto o uso do *primer* Exp Z-Primer dobrou os valores de adesão. Nanopartículas de sílica foram identificadas pela observação em microscópio eletrônico de varredura, após o tratamento com Cojet, porém, estas nanopartículas foram removidas por jatos fortes de água.

Ozcan, Cura e Valandro (2011) avaliaram a ação de dois agentes silanos 3-TMSPM e MPS/4-META sobre a adesão de dois cimentos resinosos (SuperBond e Panavia F 2.0) a zircônia Y-TZP comparando protocolos individuais e os recomendados pelos fabricantes. Os grupos foram divididos da seguinte maneira: 1) silicatização + 3-TMSPM silano + Superbond; 2) silicatização + MPS/4-META silano + Superbond; 3) silicatização + 3-TMSPM silano + Panavia F 2.0; 4) silicatização + MPS/4-META silano + Panavia F 2.0; 5) sem condicionamento + MPS/4-META silano + Super-Bond (seguindo recomendações do fabricante); e 6) jateamento com 50 µm Al₂O₃ + Panavia F 2.0 (seguindo recomendações do fabricante). Os espécimes foram

submetidos ao teste de cisalhamento depois de armazenadas em água a 37°C por 3 meses no escuro. O processo de revestimento de sílica foi realizado no consultório com o instrumento de abrasão a ar intra-oral Micro-Etcher (Danville, San Ramon, USA), carregado com partículas de óxido de alumínio 30µm revestidas por sílica do sistema Cojet (3M ESPE) e a abrasão a ar com partículas de óxido de alumínio 50µm. Os resultados obtidos foram: quando a silicatização e silanização foram usadas, ambos os cimentos SuperBond e Panavia F 2.0 demonstraram maior resistência de união, seguindo as instruções dos fabricantes. Quando as superfícies das cerâmicas receberam a deposição de sílica, não houve diferença significativa entre os silanos 3-TMSPM e MPS/4-META ($20,2 \pm 3,7$ e $20,9 \pm 1,6$ MPa, respectivamente) para o cimento SuperBond, mas para o cimento Panavia F 2.0 quando o silano 3-TMSPM ($24,4 \pm 5,3$ MPa) foi usado a resistência de união foi significativamente maior do que o silano MPS/4-META ($12,3 \pm 1,4$ MPa).

Scherrer et al. (2011) constataram que o uso de partículas de sílica revestido com alumina de 30µm (*CoJetTM Sand*, 3M ESPE) tem melhorado a adesão de cimentos resinosos à Y-TZP. Os quatro materiais de zircônia testados foram: *Zeno* (ZW) (Wieland), *Everest ZS* (KV) (KaVo), *Lava branco* (LV) e *Lava coloridos* (LVB) (3M ESPE). Testes de fadiga (S-N) foram realizadas em 66 barras de 3mm×5mm×40mm, para cada material de zircônia fornecido pelos fabricantes. Fadiga cíclica foi realizada em três pontos de flexão em um tanque de água a uma velocidade de 0,5mm/min. Metade dos espécimes foram jateados com *Cojet* em uma superfície de 5mm×6mm por 20s utilizando-se para isso uma pistola de jateamento (*RondoFlex 2013*, KaVo), com a ponta inclinada de aproximadamente 45° em uma distância de 7mm. Os espécimes foram então limpos com ultrassom em etanol puro durante 10min utilizando um dispositivo sonoro (Micro10+, Unident) ajustado para uma faixa de baixa frequência (28-34 kHz). A microestrutura de cada material foi determinada após condicionamento térmico realizado a 50°C abaixo da temperatura de sinterização por 30min. Digitalização de imagens de microscopia eletrônica foram tomadas a 20.000× de ampliação e o tamanho médio de grão foi determinado usando o método de contagem linear de interceptação. A densidade das amostras de zircônia sinterizadas foi medido em 5 espécimes por material (3 medições por amostra) utilizando o método de Arquimedes. O aumento do limite de fadiga após o jateamento foi de 15% para o *Zeno* (ZW) e *Everest* (KV), 17% para *Lava* (LV) e 31% para *Lava coloridos* (LVB). O jateamento com partículas de sílica de 30µm (*CojetTM Sand*) fez

melhorar significativamente o comportamento à fadiga de três em cada quatro materiais cerâmicos de Y-TZP e pode, portanto, ser recomendada para procedimentos de cimentação adesiva.

De Castro et al. (2012) afirmaram que a técnica de cobertura triboquímica consiste no jateamento da superfície da estrutura protética com partículas de alumina cobertas com sílica. As partículas de alumina, ao colidirem com a superfície da prótese, incrustam sobre a mesma camada de sílica, formando assim, uma fina película sobre a zircônia. Isso torna a superfície da zircônia propícia a silanização, como também aumenta a retenção micromecânica superficial. Pesquisas têm demonstrado que a aplicação dessa camada de sílica e posterior silanização, aumenta significativamente a resistência de união entre o substrato tratado e o cimento resinoso. Entretanto, também se observa uma perda dessa adesão ao longo tempo quando cimentos resinosos tradicionais são usados. Essa diminuição da resistência de união foi associada à pequena concentração de sílica depositada na superfície da cerâmica em decorrência da dificuldade de ação das partículas abrasivas sobre a superfície da zircônia, que é extremamente dura.

A cobertura da superfície interna da infraestrutura com sílica é um método indicado por Roman-Rodriguez et al.(2013) para aumentar a adesão ao cimento resinoso. Essa cobertura da superfície interna da peça com sílica geralmente é realizada em laboratório, utilizando partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica. A pressão de ar fornecida leva as partículas de óxido revestidas com sílica sobre a superfície da cerâmica, realizando a modificação dela pela fixação da sílica, tornando-a quimicamente mais reativa aos agentes de união e ao material resinoso.

3.3 Cimentos

Para Kina (2004) uma adequada cimentação adesiva é fundamental. O desenvolvimento dos sistemas adesivos e dos cimentos resinosos, aliado ao desenvolvimento dos sistemas cerâmicos, permitiu uma adequada união da cerâmica à estrutura dentária. Isto permitiu a confecção de restaurações cerâmicas em cavidades mais conservadoras, como *inlays* cerâmicos, de forma a evitar procedimentos mais invasivos, como a confecção de coroas totais e oferecendo ótima estética, biocompatibilidade e durabilidade.

De Munck et al. (2004) relataram que os cimentos resinosos são classificados em dois tipos: os tradicionais que requerem condicionamento ácido do substrato dental e aplicação de um sistema adesivo e os denominados de passo único, auto-adesivo ou universal. Estes últimos cimentos são de dupla ativação e ganharam muita popularidade nos últimos anos, decorrente principalmente pela facilidade da aplicação. O primeiro cimento desse gênero foi o relyx Unicem (3M ESPE), é composto por uma resina à base de metacrilato modificado por um grupamento fosfato, e durante a sua mistura desencadearia uma diminuição do pH para aproximadamente 2, o que tornaria possível o condicionamento da dentina superficial, infiltrado na *smear layer*, criando uma retenção micromecânica.

Para Matinlinna et al.(2006) ao criar-se rugosidade na superfície do substrato, promove-se aumento na resistência de união, uma vez que a resina composta escoar através da superfície cerâmica e também para dentro das irregularidades formadas pelo jateamento. Esse processo ainda diminui a tensão superficial, permitindo bom molhamento pelo silano.

Valandro et al. (2007) avaliaram os efeitos que a armazenagem em água e envelhecimento artificial via termociclagem, traria sobre a resistência de união da cerâmica de óxido de Zircônia, In-Ceran Zirconia® (VITA Zahnfabrik) às resinas compostas, utilizando o Panavia F® (Kuraray) como agente de cimentação. A superfície dos blocos cerâmicos foi silicatizada com Cojet® (3M ESPE), silanizada com Espe-Sil® (3M ESPE) e o cimento Panavia F® (Kuraray) aplicado conforme as recomendações do fabricante. Foram formados cinco grupos para teste de resistência de união por microtração. O primeiro foi testado em condições secas, imediatamente após a cimentação, (Grupo 1). O segundo grupo de espécimes permaneceu em água por 150 dias, (Grupo 2). O terceiro, além dos 150 dias de armazenagem foi também termociclado, (Grupo 3). O quarto grupo foi deixado em água por 300 dias, (Grupo 4) e o quinto e último, além dos 300 dias em água foi termociclado, (Grupo 5). Os resultados mostraram que o Grupo 1 apresentou resistência a microtração significativamente maior (26.2 ± 1 MPa) do que os grupos que foram envelhecidos: Grupo 2 (6.5 ± 1), Grupo 3 (6.2 ± 2), Grupo 4 (4.5 ± 1) e Grupo 5 (4.3 ± 1) MPa.

Özcan, Nijhuis & Valandro (2008) avaliaram o efeito de vários métodos de tratamento de superfície na alteração superficial da cerâmica e na adesão de um cimento de polimerização dual com MDP à zircônia após termociclagem. Quarenta

discos cerâmicos (Lava®) foram confeccionados, inseridos em resina acrílica e tiveram uma de suas superfícies expostas e polidas em lixa de granulação 1200 sob refrigeração. Então, os discos foram randomicamente distribuídos em quatro grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície em pregado: G1H jateamento com Al₂O₃ de 50Pm + Alloy Primer ®; G2H jateamento com Al₂O₃ de 50Pm + Cesead II Opaque Primer ®; G3H jateamento com Al₂O₃ de 50Pm + SilanoHPen® + agente de cobertura silano; G4H cobertura triboquímica laboratorial de sílica (Rocatec ®) + agente de cobertura silano (ESPEHSil ®). O jateamento incidiu perpendicular à superfície das amostras, a uma distância de 10mm, por 15 segundos e pressão de 2,3bar para os G1, G2 e G3; e 2,8bar para G4. Foi realizada a cimentação de um cilindro de cimento (Panavia F®), termociclagem e realizado o teste de cisalhamento. Não houve diferença estatisticamente significativa e entre os grupos (Grupos 1 a 4: 8,43±1,3, 8,98±3,6, 12,02±6,7 e 8,23±3,8 MPa, respectivamente) (p=0,1357), o que não coloca os tratamentos de superfície empregados como benéficos na melhoria da resistência de união entre zircônia e cimentos à base de MDP.

Para Carvalho (2009) o método de avaliação da resistência adesiva mais utilizada é o de resistência ao cisalhamento. Para a realização deste teste existem duas variações. O teste realizado com ponta em forma de faca ou o método de tração por cisalhamento, realizado com uma alça de fio de aço. O método de tração por cisalhamento exerce menor concentração de estresse próximo da interface adesiva, proporcionando uma melhor distribuição de forças. Entretanto, devido à concentração de forças, todos os métodos de cisalhamento subestimam o valor de resistência adesiva.

Para Della Bonna (2009) o cimento de ionômero de vidro (CIV) e cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR) são usados com frequência para cimentar cerâmicas ácido-resistentes. No entanto, os cimentos mais eficientes e mais utilizados para todos os tipos de restaurações cerâmicas são os cimentos resinosos, especialmente os sistemas que contêm monômeros de 10-metacrilóiloxidecil-dihidrogênio-fosfato (10-MDP).

De acordo com Blatz et al. (2010) o jateamento com partículas de óxido de alumínio é um dos pontos fortes no vínculo cimento autoadesivo e zircônia. Cimentos que contêm os monômeros adesivos MDP ou 4-META (Clearfil e G-Cem

respectivamente) possuem resultados superiores a outras composições (BisCem, RelyX UNICEM Clicker, RelyX UNICEM Applicap, Maxcem).

Yun et al. (2010) avaliaram o efeito do jateamento e metal *primers* na resistência adesiva ao cisalhamento de 3 cimentos resinosos comerciais para cerâmica zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP). Foram confeccionados 120 cilindros de cerâmica (7mm x 12mm). Os espécimes foram divididos e randomizados em 12 grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície (controle; somente jateamento; somente metal *primer*; jateamento + metal *primer*) e cimento resinoso metal *primer* (Alloy Primer – Panavia F 2.0, V-primer - Superbond C&B, Metaltite – M bond). O cimento resinoso foi misturado e colocados dentro de moldes (3mm x 3mm) sobre a superfície de zircônia tratada. Todos espécimes foram termociclados (5°C a 55°C, 5.000 ciclos) e submetidos ao cisalhamento para teste de resistente adesiva com uma velocidade 0,5mm/min. Todos os dados foram estatisticamente analisados usando ANOVA de duas vias e múltipla comparação com o teste Scheffé ($\alpha=0,05$), e imagens por MEV das áreas de fraturas foram usadas para avaliar o modo de fratura. No Panavia F 2.0, a resistência adesiva dos espécimes tratados com jateamento e metal *primer* (Alloy Primer) foi significativamente maior do que nos outros subgrupos. Em Superbond C&B e M bond, o jateamento aumentou significativamente a resistência adesiva ao cisalhamento, mas o efeito do metal *primer* (V-primer e Metaltite) não foi significante e houve discordância na interação. Metal *primer* adesividade entre cerâmica Y-TZP e cimento resinoso. Apesar do metal *primer* não ser suficiente se usado sozinho, a aplicação combinada com jateamento parece ser um tratamento apropriado para melhorar a resistência adesiva do cimento resinoso com a cerâmica Y-TZP, especialmente no Panavia F 2.0.

Os cimentos resinosos fosfatados e autoadesivos, contendo MDP, foram indicados por autores como Matinlinna e Lassila (2011), como possível solução para melhorar a adesão a zircônia por apresentarem em sua composição monômeros ésteres fosfatados, promovendo a ligação química a óxidos metálicos.

Thompson et al. (2011) relataram que as cerâmicas à base de zircônia são um tema de interesse na Odontologia e que um problema clínico do uso desse material é a dificuldade em se conseguir uma adesão adequada com os substratos, pois

métodos de adesivos tradicionais para cerâmicas à base de sílica não são eficientes. Estes autores realizaram uma revisão de literatura sobre adesão e cimentação para zircônia. Encontraram que várias tecnologias estão sendo utilizadas para resolver esse problema e outras abordagens estão sob investigação. A maioria das técnicas incide sobre a modificação da superfície inerte das cerâmicas de alta resistência. Os autores concluíram que embora a ciência e a tecnologia aplicadas à adesão da ZrO_2 tenham melhorado, ainda há muito a ser estudado para tornar este um comportamento previsível para o uso clínico.

Cristoforides et al. (2012), avaliaram diferentes abordagens para a ligação de compósitos à superfície cerâmica à base de zircônia estabilizada com ítrio Y-TZP (Vita, Alemanha). Foram realizados 100 blocos de cerâmicas $7.5 \times 7.5 \times 2.5 \text{ mm}^3$ e embutidas em resina acrílica, que tiveram suas superfícies livres polidas e foram randomizadas em 10 grupos ($n=10$). As abordagens testadas incluíram 4 tratamentos de superfícies: triboquímico revestimento com sílica (TBS), MDP revestimento de *primer*/silano, jateamento e *primer*/metal para zircônia. O álcool foi utilizado para limpar a superfície dos espécimes do grupo controle. O tratamento foi seguido pela aplicação, ou não, do MDP contido no cimento resinoso. Subsequente uma resina composta foi aplicada na superfície cerâmica usando um modelo cilíndrico (4mm de diâmetro). Após 60 dias em estocagem em água e 6.000 ciclos térmicos os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. Análise de variância e teste de Tukey foram utilizados para análise estatística. Considerando as abordagens avaliadas o TBS mostrou ser o melhor tratamento de superfície para Y-TZP. O uso do MDP contido no cimento entre o compósito e a superfície Y-TZP não é efetivo.

Para Subasi e Inan (2012) a asperização da superfície é comumente utilizada como uma alternativa para gerar aumento na rugosidade de superfície e redução da tensão superficial aumentando a retenção mecânica dos cimentos odontológicos. Existem diversos métodos de asperização como, a utilização de discos abrasivos contendo SIC ou Al_2O_3 e jateamento de partículas abrasivas de Al_2O_3 abrangendo os tamanhos de 50 a $250\mu\text{m}$. Esses tipos de tratamento apresentam como características principais a simplicidade, baixo custo e facilidade de aplicação no ambiente odontológico. Entretanto, mesmo gerando um aumento da área de superfície e redução da tensão superficial, estudos têm demonstrado que as técnicas

mencionadas, utilizadas isoladamente, não têm efeito significativo para o aumento da resistência em relação à união da zircônia aos cimentos resinosos tradicionais.

4 . Metodologia

4.1 MATERIAIS:

Os materiais que foram utilizados no estudo estão descritos abaixo:

Material	Nome Comercial	Fabricante
Cilindro Cerâmico Y-TZP	LAVA All-Ceramic System	3M ESPE®,Chicago,USA
Óxido de Alumínio (45 μm)	Óxido de Alumínio (#45)	Polidental® Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil
Óxido de Alumínio (80 μm)	Óxido de Alumínio (#80)	Polidental® Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil
Óxido de Alumínio (30 μm) revestido por sílica	Sistema Cojet®	3M ESPE®,Chicago,USA
Óxido de Alumínio (30 μm) revestido por sílica	Sistema Rocatec Soft®	3M ESPE®,Chicago,USA
Óxido de Alumínio (110 μm) revestido por sílica	Sistema Rocatec Plus®	3M ESPE®,Chicago,USA

Quadro1: Descrição dos materiais, nome comercial e fabricante

4.2 MÉTODOS:

4.2.1 Confeção do disco

6 Cilindros de cerâmica de zircônia parcialmente estabilizada por ítria pré-sinterizados LAVA All-Ceramic System (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) (Figura 1-A) foram lixados e arredondados com lixas d'água de granulações decrescentes (600, 800, 1200, 1500, 2000 (Norton Saint- Gobain, São Paulo, Brasil) sob irrigação com água em politriz EcoMet® 250 Grinder Polisher (Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com

disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA) gerando trinta e cinco discos cerâmicos para realização deste estudo (Tabela 1). Os dois lados das amostras foram regularizadas e receberam acabamento, com lixas d'água de granulação 400 (Norton Saint- Gobain, São Paulo, Brasil).

Previamente à sinterização as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) em álcool isopropílico durante cinco minutos. As amostras de LAVA All-Ceramic System foram sinterizadas em forno Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, Alemanha) sob temperatura de 1500°C durante 210 minutos. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou oito horas. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou onze horas. As dimensões finais dos discos foram D=15 mm x h=2 mm (Figura 1-B).



Figura 1-A:Fotografia do bloco arredondado,



Figura 1-B:Amostras em forma de discos antes e após a sinterização.

4.2.2 Delineamento experimental

Trinta e cinco discos cerâmicos foram distribuídos em sete grupos experimentais. Assim, o estudo consistiu nos grupos experimentais demonstrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Grupos experimentais

Tratamento de superfície	Grupo
Jateamento com partículas de Óxido de Alumínio 45µm	A45

Jateamento com partículas de Óxido de Alumínio 80µm	A80
Jateamento com partículas de Óxido de Alumínio revestido por sílica 30µm (Cojet)	C30
Jateamento com partículas de Óxido de Alumínio revestido por sílica 30µm (Rocatec Soft).	R30
Jateamento com partículas de Óxido de Alumínio revestido por sílica 110µm (Rocatec Plus)	R110
Jateamento com partículas de Óxido de Alumínio revestido por sílica 110µm (Rocatec Plus) + partículas de Óxido de Alumínio revestido por sílica 30µm (Rocatec Soft).	R110R30
Sem Tratamento (controle)	ST

Tabela 2 – Análises e número de amostras por grupo.

Microscopia eletrônica de varredura	n=2
Goniometria	n=5
Sem Ciclagem Térmica + Cisalhamento	n=10
Ciclagem Térmica + Cisalhamento	n=10
Estereomicroscópio	n= 2

4.2.3 Tratamento de superfície da cerâmica

Previamente ao jateamento, os discos foram imersos em álcool isopropílico a 10%, (Álcool Santa Cruz Ltda, Guarulhos, São Paulo), dentro de um recipiente de vidro, e submetidos à limpeza em aparelho sônico durante 5 minutos (Vitasonic®, Bad Säckingen, Baden-Württemberg, Alemanha). Após, os discos foram posicionadas em papel toalha onde permaneceram por 10 min, para que se garantisse a completa evaporação do álcool. Com uma caneta permanente na cor preta (Bic- Cajamar- SP- Brasil) foi realizada uma marcação na superfície do disco que não seria jateada, com o intuito de orientar e facilitar o posicionamento das amostras durante os procedimentos de jateamento.

Para realização do jateamento dos discos, foi utilizado um microjateador (Microjato Standard, Bioart, Brasil; $h = 40,32$ mm, $\varnothing = 30,62$ mm, $V = 2\pi rh = 2 \times 3,14 \times 15,31 \times 40,32 = 59.351,20$ mm³) (SOUZA et al. 2013). Para que fosse possível

padronizar e fixar a distância entre a superfície dos discos e a ponta do microjateador bem como o ângulo de incidência das partículas durante o jateamento, um dispositivo metálico, desenvolvido por Amaral et al. (2008), foi utilizado para que o microjateador permanecesse fixo durante toda etapa de jateamento (Figura 2).

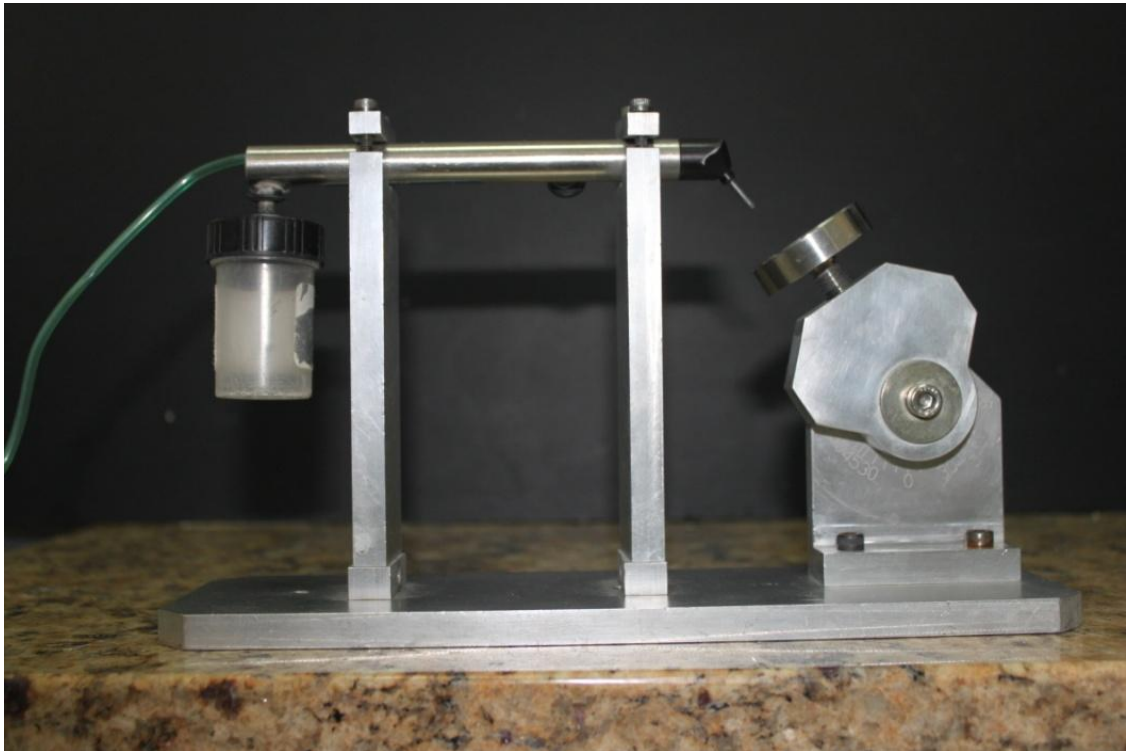


Figura 2 : Jateador posicionado no dispositivo metálico para padronização do jateamento.

A distância entre a superfície de jateamento dos discos e a ponta do microjateador foi padronizada em 10mm, o tempo do jateamento de 90s, sob pressão constante de 2,5bars, para todos os grupos experimentais (Figura 3). As partículas incidiram na superfície da cerâmica com uma inclinação de 90°, que é o ângulo formado entre a ponta do jateador e a superfície da cerâmica. Durante o jateamento, cada amostra foi posicionada sobre a base metálica do dispositivo fixador do microjateador, e com o auxílio de uma pinça clínica metálica, foram realizados movimentos circulares sobre a base, objetivando um jateamento uniforme ao longo de toda a superfície do disco.

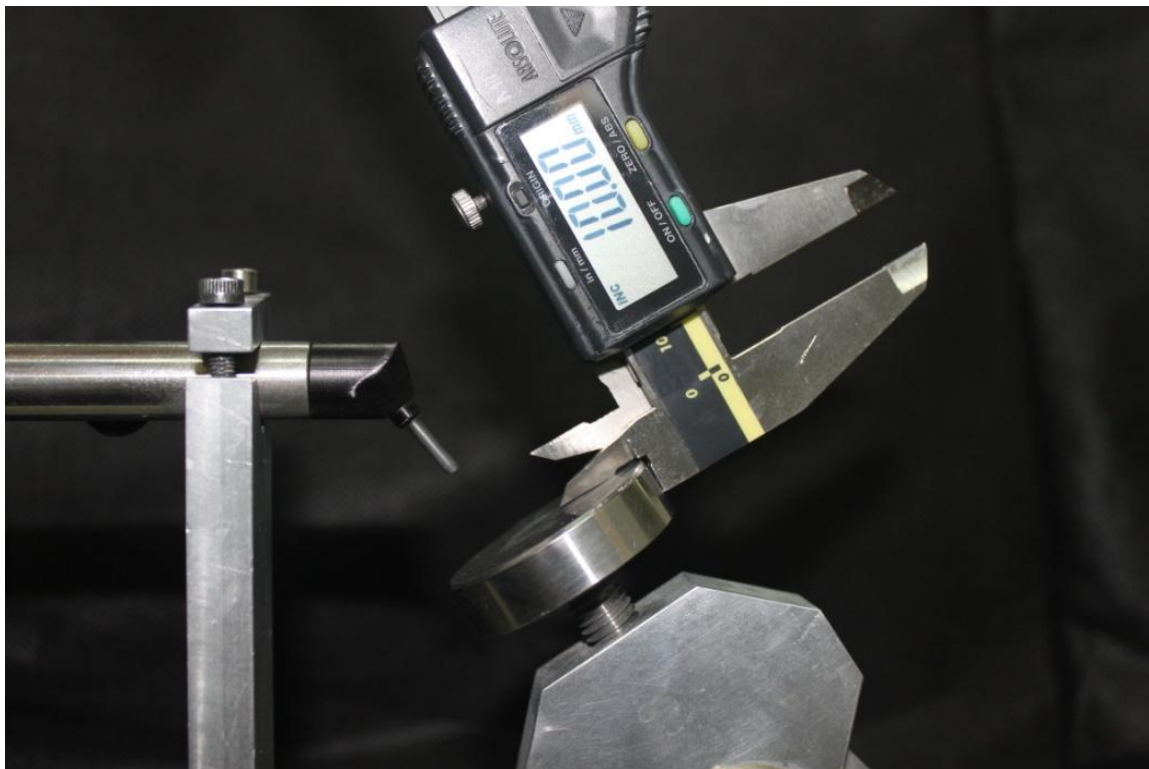


Figura 3: Distância padronizada em 10 mm entre a superfície das amostras e a ponta do jateador.

Como protocolo para troca do tipo de partícula ao longo dos jateamentos, os excessos de Al_2O_3 ou de SiO_2 que permaneceram dentro do recipiente de vidro foram inicialmente removidos com jatos de ar e em seguida, com o auxílio de um lenço de papel umedecido com álcool isopropílico a 10% (Álcool Santa Cruz Ltda, Guarulhos, São Paulo), foi realizada a limpeza das partículas que permaneceram na superfície interna do vidro (SOUZA et al. 2013). Em relação ao grupo experimental R110R30 o rocatec foi misturado em partes iguais.

4.2.4 Análise por microscópio eletrônico de varredura

Dois discos a mais de cada grupo foram limpos com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda, Guarulhos, São Paulo), seca sobre papel absorvente em temperatura ambiente e em seguida, posicionada em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla-face de carbono e metalizada em metalizadora EMITECH SC7620, recebendo uma fina camada (12nm) de liga de ouro. Por fim, foi colocada em Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT S50 (FEI, República Tcheca) (Figura 4) em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, foi realizada a análise de superfície, com aumento de 2.000x. Esta análise

serviu para ilustrar as características superficiais e morfológicas ao final dos diferentes tratamentos

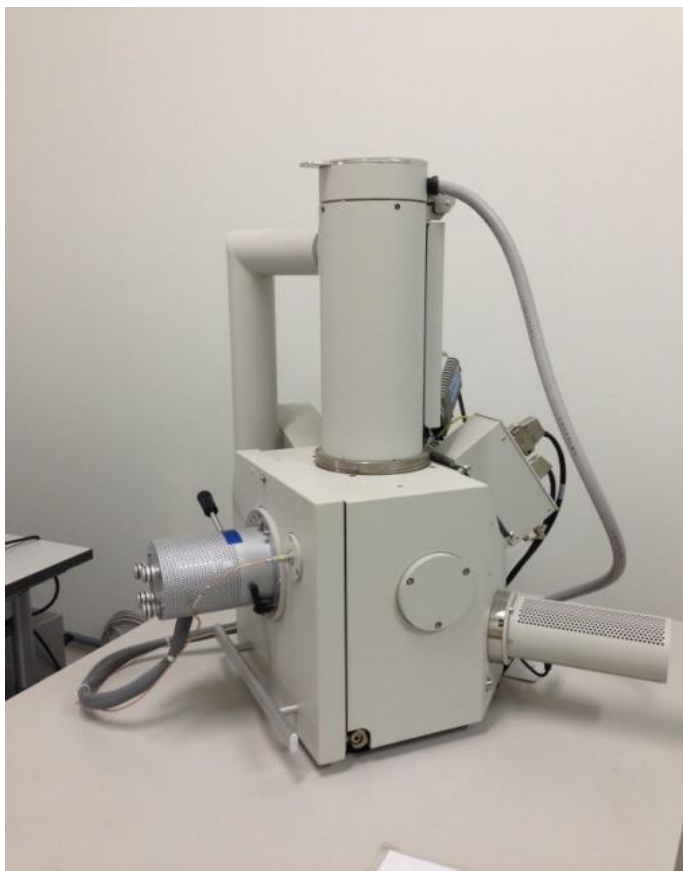


Figura 4: Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT
S50(FEI, República Tcheca)

4.2.5 Medida do ângulo de contato

Após os tratamentos de superfície propostos, 5 discos de cada grupo foram submetidas a análise do ângulo de contato por meio de um Goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers , Montain Lakes ,Nova Jersey, EUA), que é um aparelho do tipo bancada óptica que incorpora um transferidor interno para leitura, calibrado em incrementos de um grau. O seu microscópio de baixa potência produz uma imagem bem definida da gota séssil ou pendente, que é observada como uma silhueta. As medidas do ângulo de contato podem ser efetuadas manualmente ou automaticamente em um ambiente com temperatura e umidade controlada, por um sistema de análise de imagens interligado a uma unidade computadorizada utilizando-

se de um software especializado (Software RHI 2001 Imaging) (Figura 5).



Figura 5: Imagem do goniômetro (Rame-Hart, INC.100-00, Contact Angle Goniometers)

O método utilizado para medição da tensão superficial de líquidos foi o método da gota pendente. Por este, uma gota do líquido fica presa a uma seringa e as medidas de largura e altura são usadas para o cálculo da tensão superficial. Uma gota de um líquido pré-selecionado (água destilada) foi colocada sobre a superfície cerâmica com uma seringa e o ângulo de contato foi medido durante 20 segundos (30 Frames por segundo), após pausa inicial de 10 segundos (JARDEL et al.1999) (Figura 6).



Figura 6 : Imagem da água deionizada sendo aplicada sobre a superfície da amostra

A mensuração do ângulo de contato foi realizada, em cada amostra, antes e após o protocolo de jateamento referente a cada grupo.

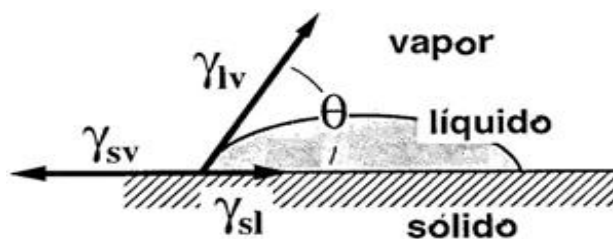


Figura 7 - Representação do ângulo de contato formado pela interface líquido- sólido

Quando um líquido é colocado em contato com uma superfície sólida, pela deposição de uma gota de um líquido ou de uma bolha de ar, passa a existir uma interface líquido-sólido entre as duas fases. O ângulo da tangente entre o sólido e o líquido é conhecido como ângulo de contato (ALVES et al. 2005) (Figura 7).

4.2.6 Ensaio de resistência ao cisalhamento

4.2.6.1 Preparo dos corpos-de-prova

4.2.6.2 Inclusão dos discos em resina acrílica

Os discos jateados para que fossem levados a uma máquina de Ensaio Universal, foram incluídos separadamente em resina acrílica (Clássico Ltda, São Paulo, Brasil) autopolimerizável, utilizando-se um cilindro de cobre ($d=2,5 \times h=1,5$) para padronização das amostras. (Figura 8)



Figura 8: Cilindro de cobre utilizado para padronização das amostras

Esse cilindro vaselinado foi colocado sobre a base (platina) de um delineador Bio art B2 (São Carlos, São Paulo, Brasil). Na haste vertical móvel desse delineador, com uma ponta adaptada, foram fixados com fita dupla-face (3M ESPE, Chicago, USA) os discos jateados (Figura 9). Após, esses discos foram limpos com o auxílio de um

lenço de papel umedecido com álcool isopropílico a 10% (Álcool Santa Cruz Ltda,Guarulhos, São Paulo).



Figura 9: Haste vertical do articulador Bio art B2
com disco jateado fixado com fita
dupla- face

Foi inserido sobre esse cilindro a resina acrílica (Clássico Ltda, São Paulo, Brasil) na fase arenosa e quando atingido a fase de polimerização plástica, a haste do delineador foi abaixada, até que o disco cerâmico ficasse 1mm de altura para dentro da resina acrílica, no centro do molde (Figura10). Após polimerização final o cilindro foi removido e obtido assim, uma amostra em resina acrílica com o disco cerâmico no centro.

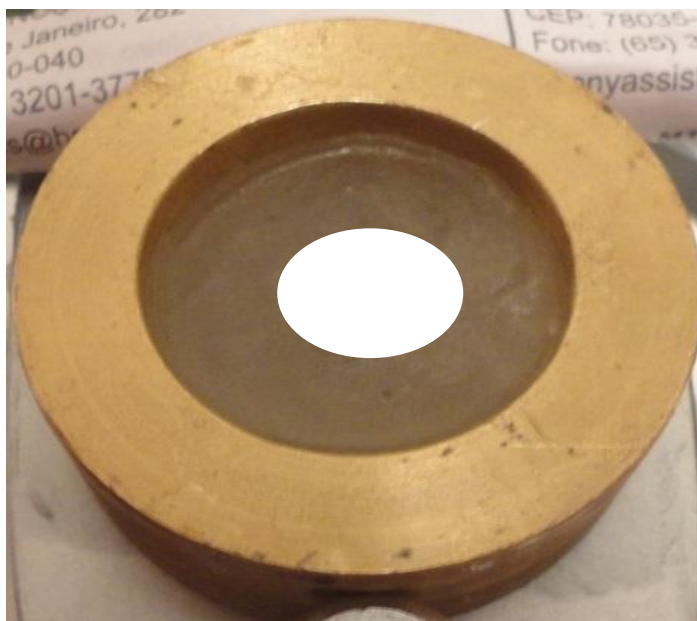


Figura10: Posicionamento do disco de zircônia no centro do cilindro de resina acrílica

4.2.6.3 Fixação dos tygons

Sobre o disco cerâmico já fixado no cilindro de resina acrílica, foram posicionadas quatro matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain PerformancePlastic, Maime Lakes, Flórida, EUA) de (3 mm de diâmetro interno por 3 mm de altura) totalizando 20 amostras por grupo (Figura11). Essas matrizes foram fixadas com cera utilidade (Wilson Polidental Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil) derretidas por um gotejador elétrico (Kota, São Paulo, São Paulo, Brasil). Após esse procedimento, foi aplicado o silano (monobond S, Ivoclar, Vivadent, Alemanha) com microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro,RJ, Brasil) internamente ao tygon tubing na zircônia de forma ativa por 60s, e realizada a secagem com leve jato de ar por 20 segundos. Em seguida, foi utilizado o cimento resinoso Panavia F® (Kuraray, Okayama, Japão), que foi manipulado com o auxílio de uma espátula plástica em bloco de papel, na proporção 1:1 a pasta A e B por 20 segundos, 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). A fotopolimerização foi realizada com o LED Radial-Cal (SDI,Pinheiros,SP,Brasil), em cada face do tygon, com intensidade de

1200mW/cm e tempo de polimerização de 40 segundos. Logo depois foi aplicado o Oxyguard do *kit* Panavia F.0 (Kuraray, Okayama, Japão) na superfície exposta do cimento resinoso por 3 minutos e, em seguida, foram lavados em água corrente.



Figura 11 – Posicionamento e altura do tygon tubing no disco de zircônia

Depois de cimentadas, as matrizes de todos os grupos foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidex, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24 horas (YOSHIDA, TSUO e ATSUTA 2006). As matrizes foram removidas com o auxílio de lâminas de bisturi número 12 (Becton Dickinson, New Jersey, EUA) (Figura 12) e foram obtidos com isso 140 corpos de prova.



Figura 12: Remoção das matrizes com o auxílio de lâminas de bisturi número 12 (Becton Dickinson, New Jersey, EUA)

4.2.6.4 Ciclagem térmica

Do total de corpos de prova confeccionados, 70 deles foram submetidos a ciclagem térmica. Estes foram inseridos na cesta da termocicladora lado a lado e sobre eles foi colocado um tecido leve denominado voil esticado e amarrados com fio dental. Foram submetidas a 3.000 ciclos de termociclagem em água a 5^o-55^oC, tempo de transferência de 2 segundos em uma cicladora Térmica (Ética Equipamento Científicos S/A, São Paulo, Brasil). A outra metade não ciclada foi levada ao ensaio de cisalhamento.

4.2.6.5 Ensaio de cisalhamento

Para o ensaio de cisalhamento 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. Para o

ensaio foi utilizado a Máquina de Ensaio Universal (EMIC,DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná),(Figura 13) e a força de cisalhamento aplicada para cada espécime foi com célula de carga (20kgf), com velocidade de 0,5 mm/min até a falha ocorrer.

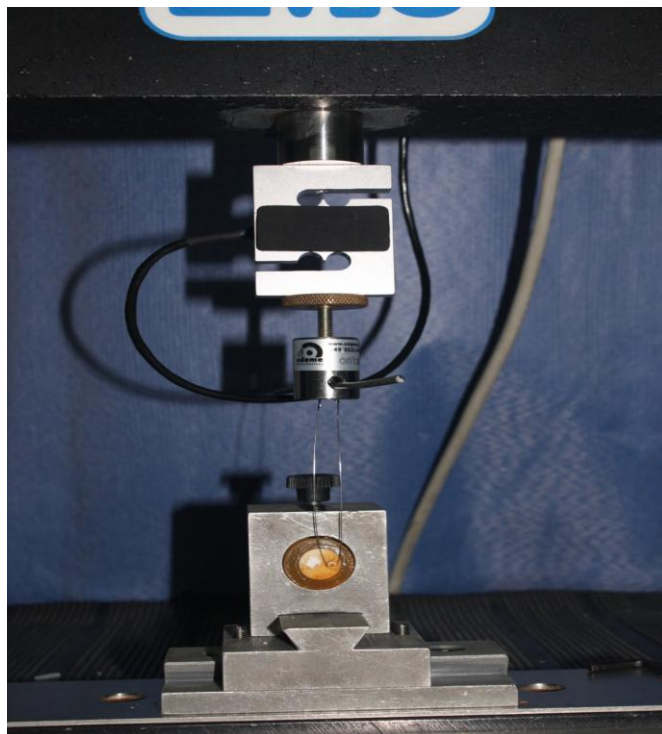


Figura 13: Posicionamento da amostra em uma Máquina de Ensaio Universal (EMIC,DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná)

4.2.7 Análise do Modo de Fratura

Adicionalmente aos valores de resistência de união, a superfície fraturada foi inspecionada em estereomicroscópio (Discovery.V20, Carl Zeiss, LLC, EUA), com magnificação de 9X, auxiliado por uma fonte de luz externa. Foram observados dois postes de cimento resinoso de cada grupo. O modo de fratura foi classificado em três tipos diferentes:

- 1) Adesiva: na interface adesivo-cerâmica;
- 2) Mista: fratura que envolve a interface adesiva juntamente com um dos substratos;
- 3) Coesiva: envolve apenas um dos substratos

4.2.8 Análise estatística

4.2.8.1 Medida do ângulo de contato

Os valores numéricos do ângulo de contato obtidos das médias dos blocos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) um fator e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

A variável experimental, ou fator em estudo, foi o tipo de tratamento de superfície. A variável resposta foi o valor do ângulo de contato obtido no goniômetro.

As condições experimentais foram designadas aleatoriamente as unidades experimentais. Ou seja, sete condições experimentais sob dez repetições.

Obteve-se 35 médias que foram submetidos a análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 16.1, 2010) e PRISM (versão 5.0, GraphPad, 2009).

O modelo estatístico da análise de variância, ANOVA (um fator), considera a existência de diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos de superfície.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

4.2.8.2 Medida do cisalhamento

Os valores numéricos obtidos em MPa da resistência ao cisalhamento foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores.

A variável experimental, ou fator em estudo, foi o tipo de tratamento de superfície. A variável resposta foi o valor da resistência de união.

As condições experimentais foram designadas aleatoriamente às unidades experimentais.

Obteve-se 140 dados que foram submetidos à análise estatística por meio do programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 16.1, 2010) e PRISM (versão 5.0, GraphPad, 2009).

O modelo estatístico da análise de variância, ANOVA (dois fatores), considera a existência de diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos de superfície.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

5 . Resultados

5.1 Medida do ângulo de contato

Os valores resíduos, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas válidas (Figura 14). Sendo determinado que os dados originais propiciaram um adequado ajuste, pois os dados se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade (Figura 15). Também foi realizado o gráfico Box-plot (Figura 16).

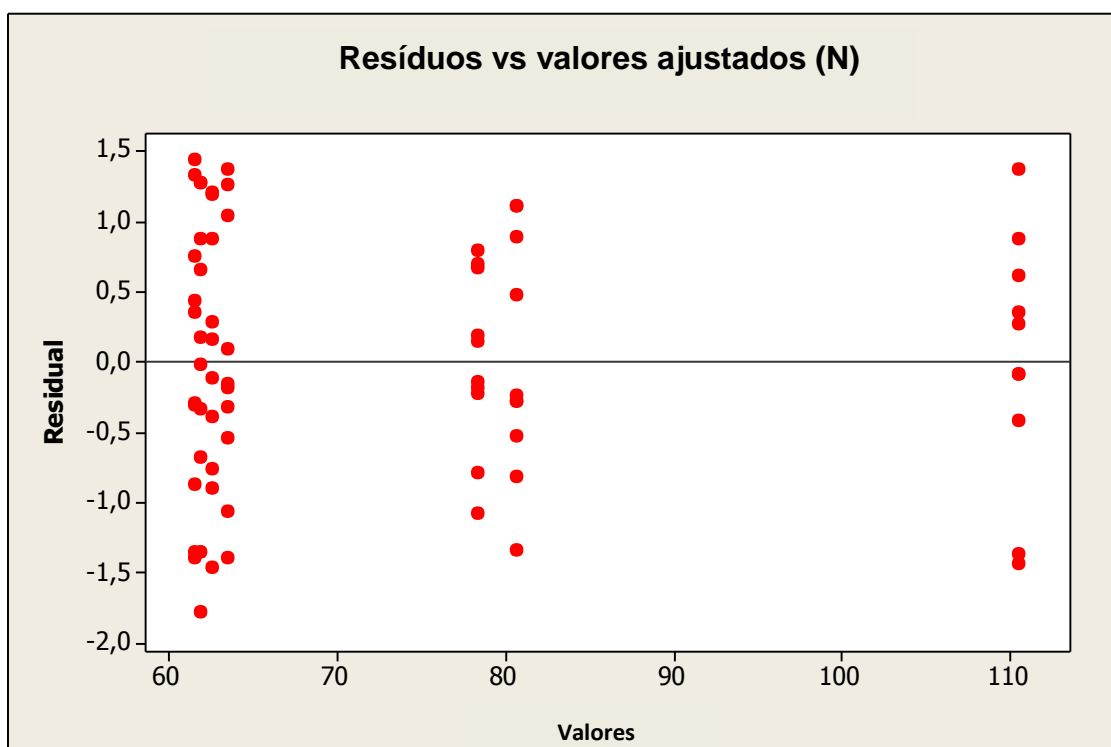


Figura 14 - Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).

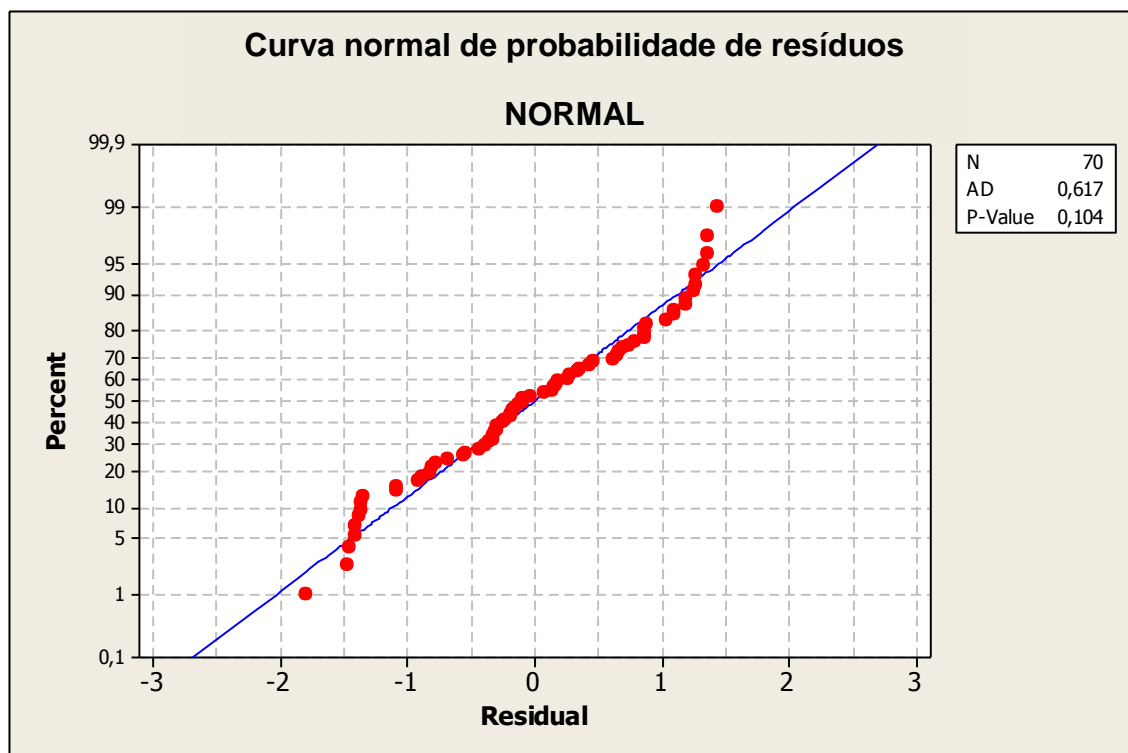


Figura 15 – Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade). Observar que o p-valor é maior que 0,05, ou seja, os dados são normais.

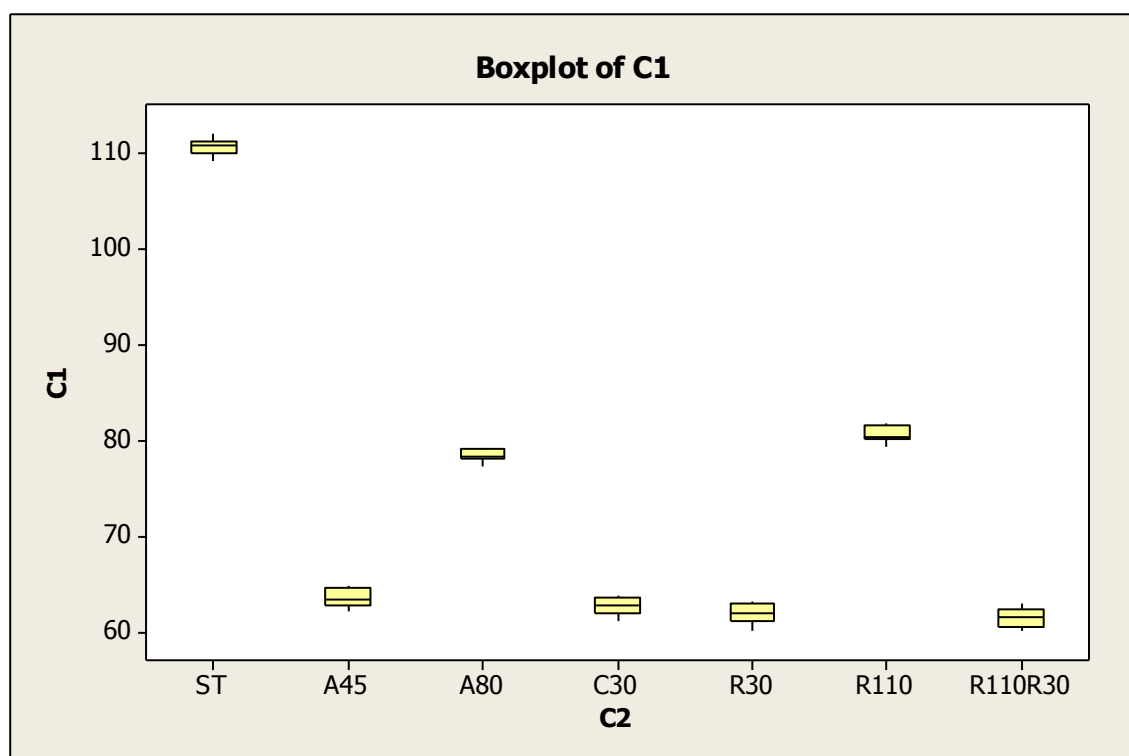


Figura 16 – Gráfico do Box-plot.

O teste ANOVA um fator (Tabela 3) revelou que o tipo de tratamento de superfície influenciou no ângulo de contato superficial (p -valor=0,000)

Tabela 3 – Resultado do teste ANOVA um fator.

Efeito	Grau de Liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado Médio	Razão F	Probabilidade P
C2	6	19433,8	3239,0	3898,03	0,000
Erro	63	52,3	0,8		

Os resultados do teste de estatístico de Tukey ($p, \leq 0,05$) revelou os grupos que são diferentes entre si (Tabela 4). O grupo ST apresentou maior ângulo de contato que todos os outros grupos, seguido pelo grupo R110 e A80, e estas diferenças foram estatisticamente significativas. Os grupos A45 e C30 foram semelhantes entre si, já os grupos C30, R30 e R110R30 apresentaram os menores ângulos de contatos.

Tabela 4 – Resultados do teste de Tukey para o fator ângulo de contato. Letras distintas representam grupos estatisticamente diferentes entre si.

Grupo	Teste de Tukey (Graus)	Desvio Padrão
A45	65,50° d	(0,94)
A80	78,37° c	(0,62)
C30	62,66° de	(0,91)
R30	61,91° e	(1,05)
R110	80,68° b	(0,84)
R110R30	61,54° e	(1,02)
ST	110,61° a	(0,90)

5.2 Ensaio de cisalhamento

Os valores resíduos, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas válidas (Figura 17). Sendo determinado que os dados originais propiciaram um adequado ajuste, pois os dados se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade (Figura 18). Também foi realizado o gráfico Box-plot (Figura 19).

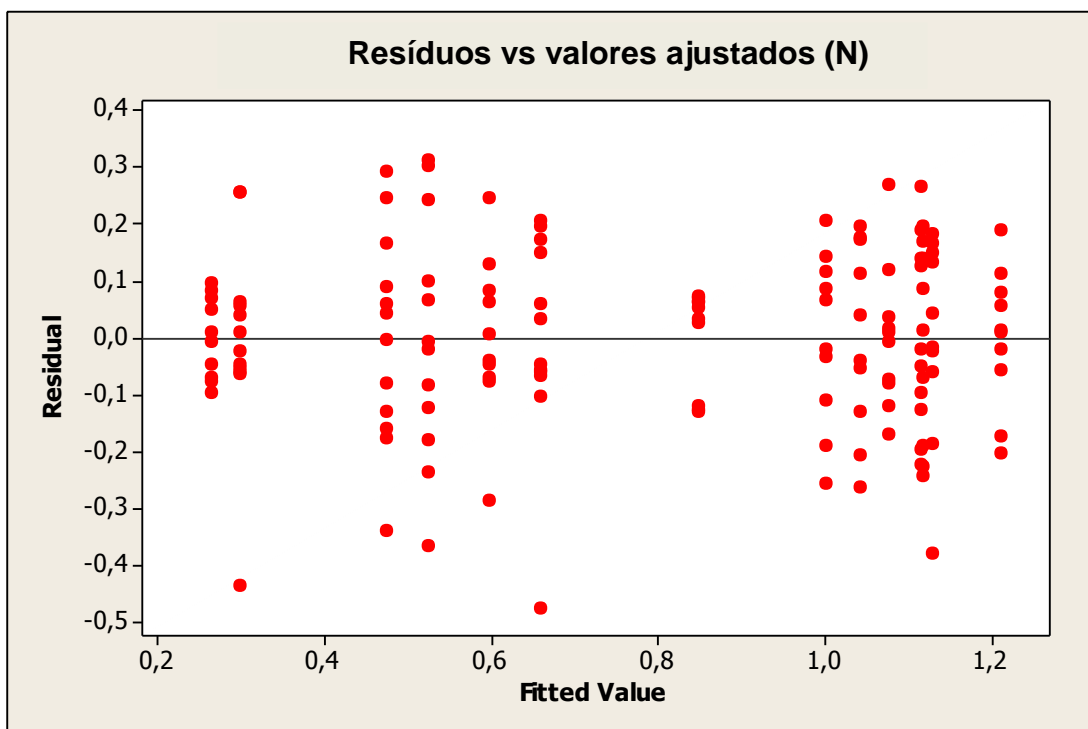


Figura 17 - Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).

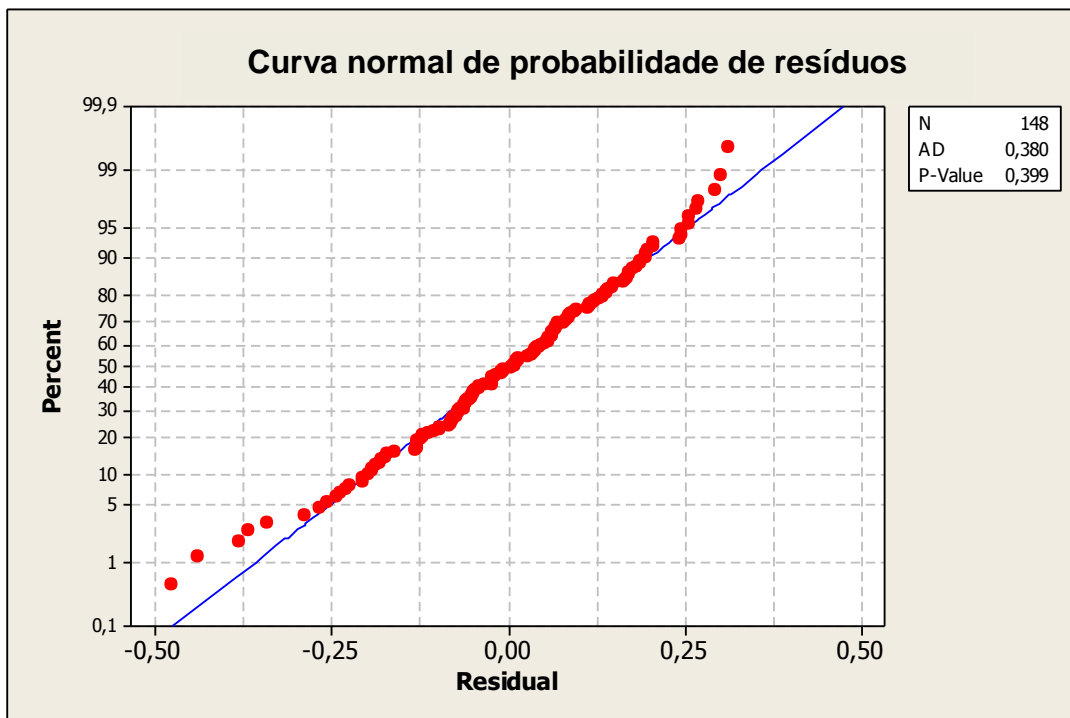


Figura 18– Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade). Observar que o p-valor é maior que 0,05, ou seja, os dados são normais.

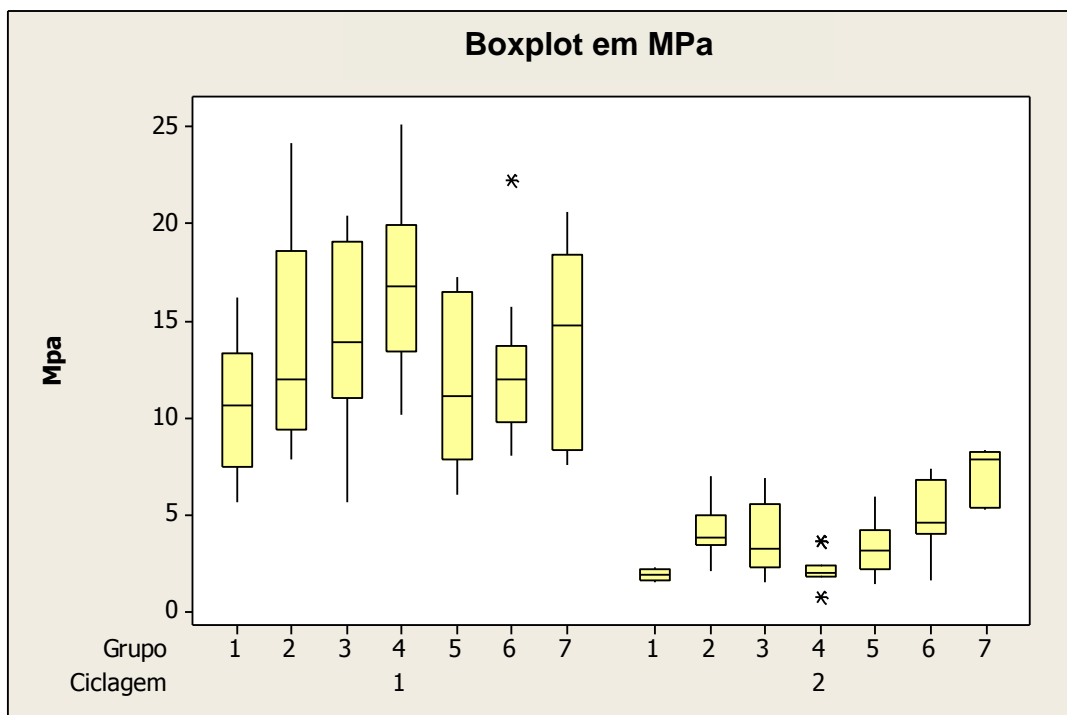


Figura 19 – Gráfico do Box-plot para os valores de resistência de união do teste de cisalhamento sem termociclagem (1) e com termociclagem (2)

O teste ANOVA dois fatores (Tabela 5) revelou que o tipo de tratamento de superfície, a ciclagem e a interação entre os dois fatores influenciou nos resultados de resistência de união (p -valor=0,00), ou seja, houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos.

Tabela 5 – Resultado do teste ANOVA dois fatores

Efeito	Grau de Liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado Médio	Probabilidade P	Efeito
Grupo	6	1,6010	1,4693	9,48	0,000
Ciclagem	1	12,2575	12,1303	469,49	0,000
Tratamento*Ciclagem	6	1,3806	1,3806	8,91	0,000
Erro	134	3,4622	3,4622		
Total	147	18,7012			

Os resultados do teste estatístico de Tukey ($p, \leq 0,05$) revelou os grupos que são diferentes entre si (Tabela 6). A ciclagem reduziu os valores de resistência de união em todos os grupos, independente do tratamento de superfície. Nos grupos sem ciclagem, o tratamento de superfície não influenciou na resistência de união ($p, \geq 0,05$). Já para os grupos com ciclagem, os melhores resultados encontrados foram para o A80 e R110, e as resistências mais baixas foram observadas nos grupos ST, C30 e R110/30.

Tabela 6 – Resultados do teste de Tukey. Letras distintas representam grupos estatisticamente diferentes entre si.

Grupo	Média Sem / com ciclagem	Desvio Padrão
ST	10,57 ab / 1,86 e	0,30
A45	14,384 a / 3,751 d	1,94
A80	12,419 ab / 4,927 bc	1,53
C30	16,861 a / 2,132 e	0,73

R30	13,989 a / 4,164 d	1,34
R110	14,016 a / 7,175 bc	1,34
R110R30	11,748 ab / 3,251 de	1,37

5.3 Análise superficial em Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise em MEV demonstrou que as amostras cerâmicas submetidas aos protocolos de jateamento utilizados neste estudo apresentaram alterações em sua superfície quando comparadas ao grupo controle. Na imagem do Grupo ST (Figura 26) é possível observar ranhuras superficiais que foram provenientes do uso de lixas d'água para acabamento da superfície. Os grupos que foram jateados com partículas menores AL45 (Figura 20), R30(Figura 23), e C30(Figura 22), apresentaram ranhuras superficiais mais suaves, e presença de microporosidades irregulares provenientes do jateamento. O grupo AL80(Figura 21), apresentou microporosidades irregulares maiores que os grupos anteriores. No grupo R110(Figura 24), é possível observar nitidamente a formação de poros também irregulares, porém maiores que de todos os grupos citados anteriormente. Os poros superficiais se apresentaram mais regulares no grupo R110+30(Figura 25), não sendo possível visualizar as ranhuras produzidas pelo acabamento.

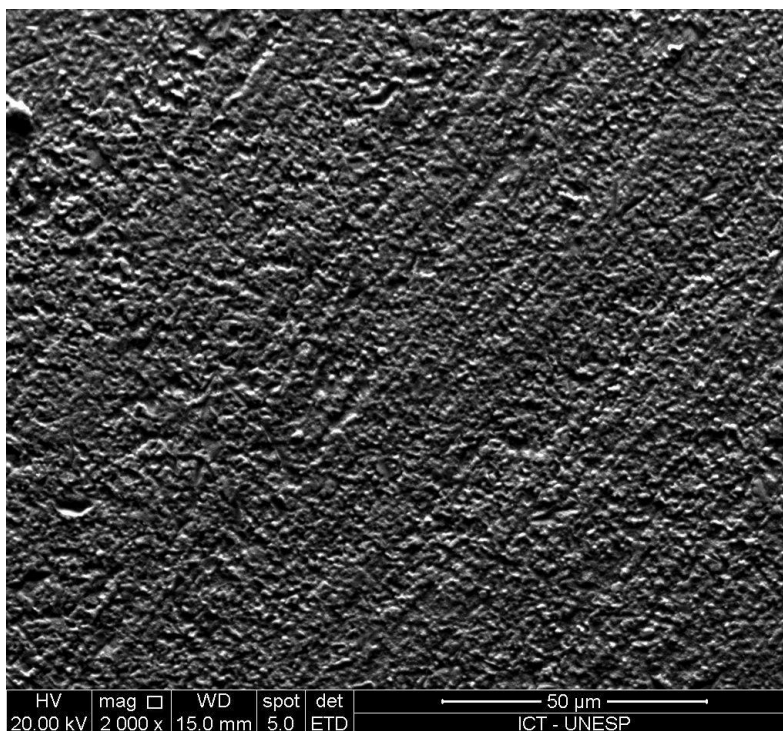


Figura 20: Imagem (2000x) em MEV / Jateamento das amostras com partículas de óxido de alumínio 45µm.

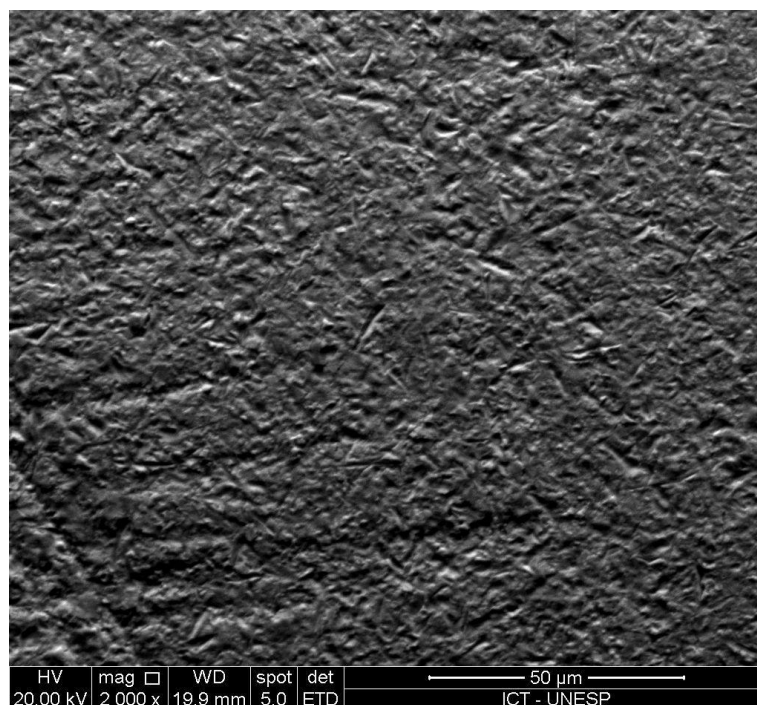


Figura 21 : Imagem (2000x) em MEV / Jateamento das amostras com partículas de Óxido de alumínio 80µm

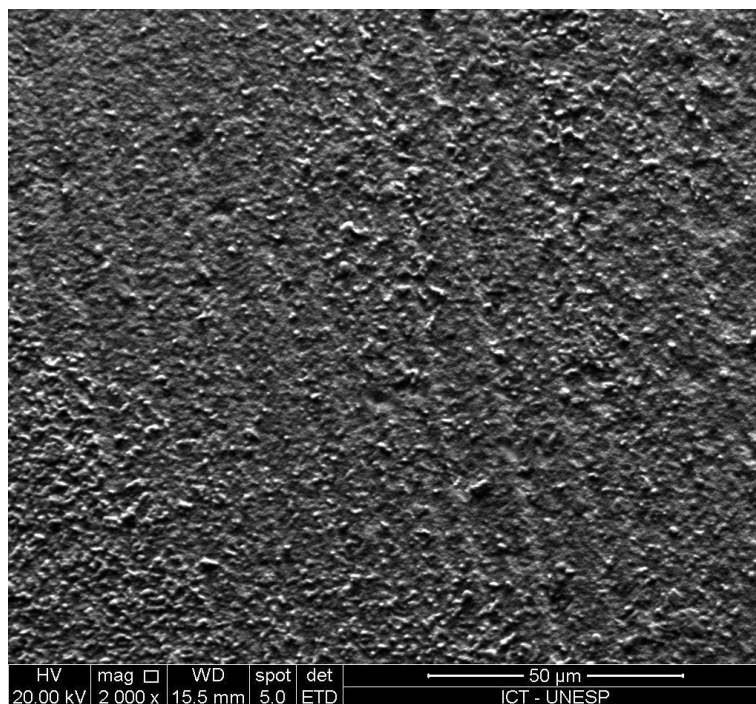


Figura 22 : Imagem (2000x) em MEV / Jateamento das amostras com partículas de Óxido de alumínio revestidas com sílica 30µm (Cojet)

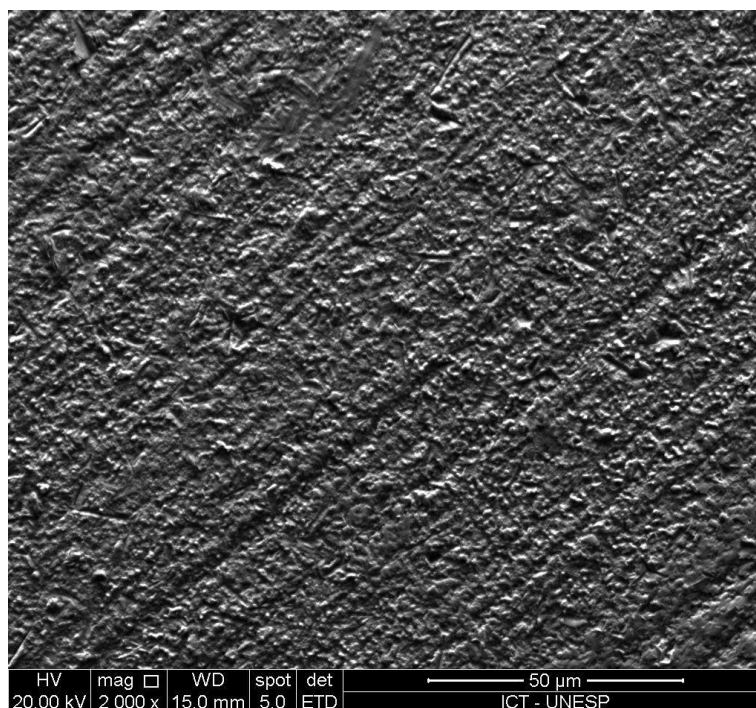


Figura 23 : Imagem (2000x) em MEV / Jateamento das amostras com partículas de Óxido de alumínio revestidas com sílica 30µm (Rocatec soft)

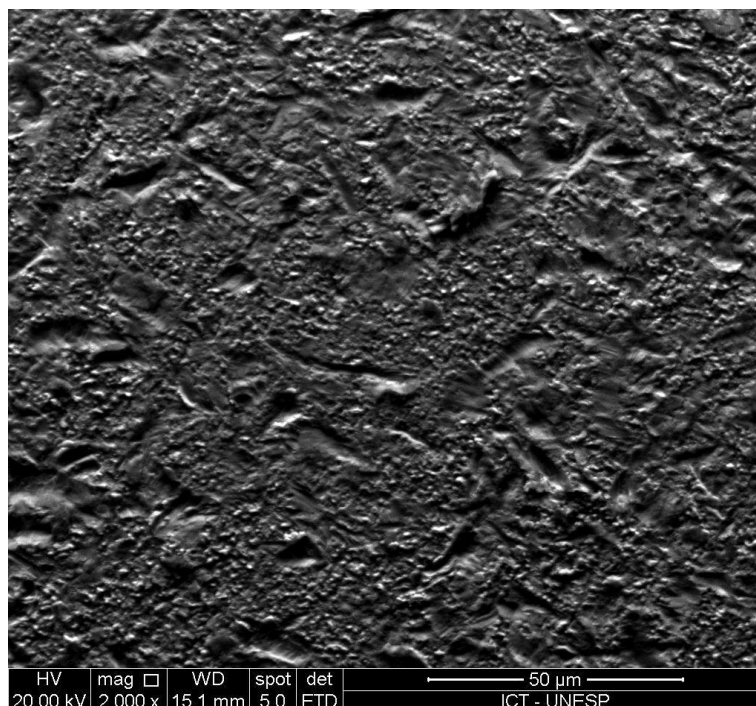


Figura 24 : Imagem (2000x) em MEV / Jateamento das amostras com partículas de Óxido de alumínio revestidas com sílica 110 μm (Rocatec plus)

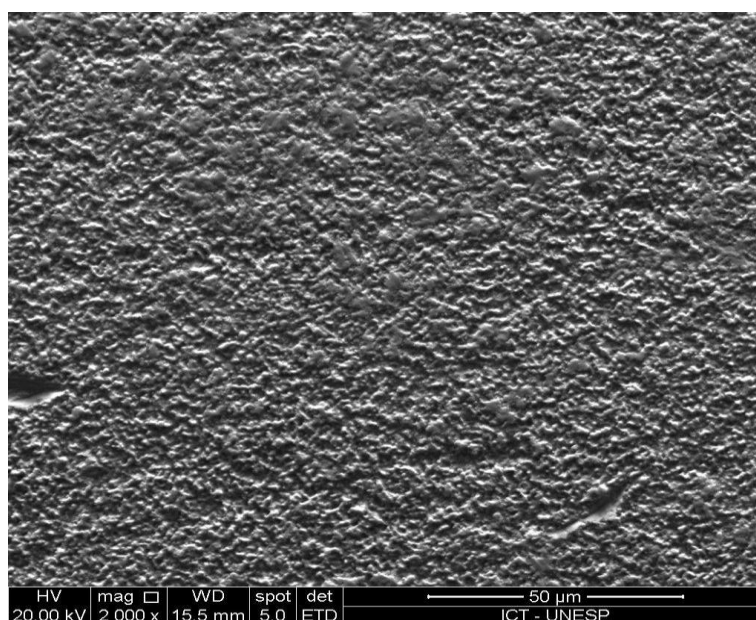


Figura 25: Imagem (2000x) em MEV / Jateamento das amostras com partículas de Óxido de alumínio revestidas com sílica 110 μm (Rocatec plus) mais Óxido de alumínio revestidas com sílica 30 μm (Rocatec soft)

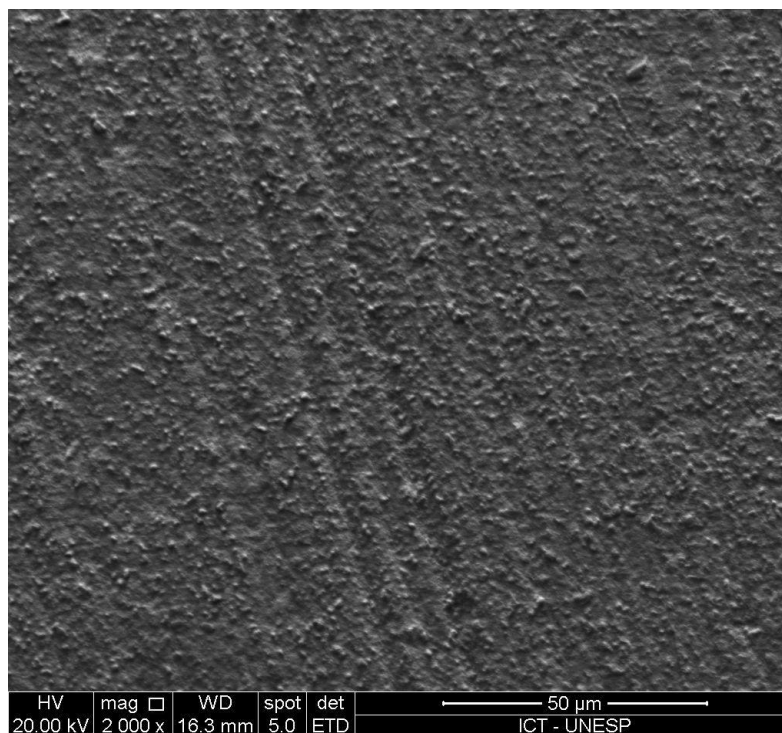


Figura 26: Imagem (2000x) em MEV/ Grupo sem tratamento de superfície

5.4 Análise do Modo de Falha

Para as 2 amostras analisadas de cada grupo as falhas foram consideradas adesivas. Ou seja, o modo de falha ocorreu na interface adesivo-cerâmica.



Figura 27: Modo de falha do Grupo A45



Figura 28: Modo de falha do Grupo A80

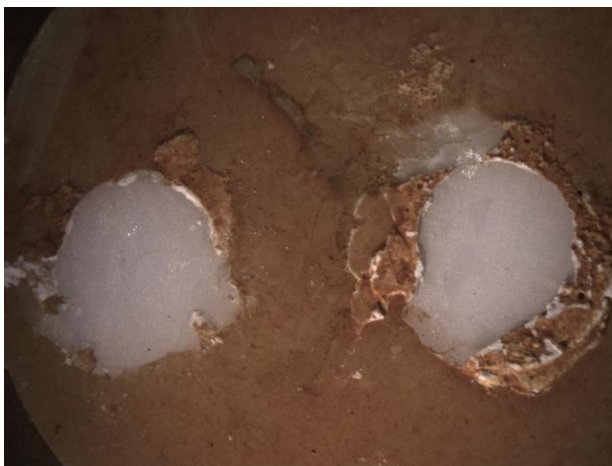


Figura 29: Modo de falha do Grupo C30

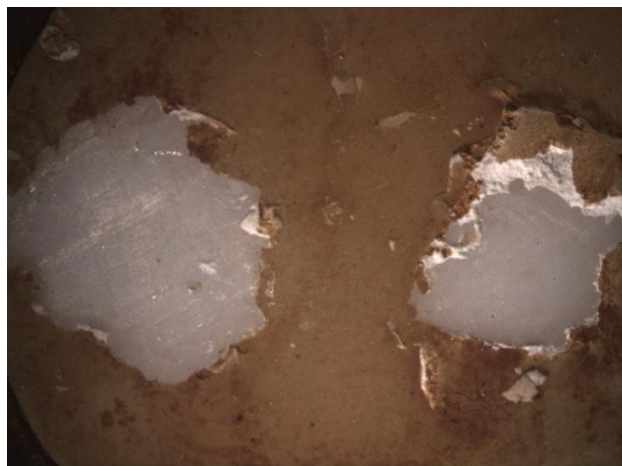


Figura 31: Modo de falha do Grupo R110



Figura 30: Modo de falha do Grupo R30

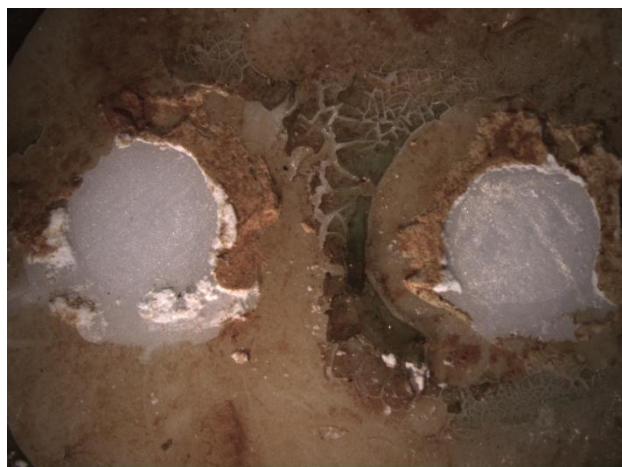


Figura 32: Modo de falha do Grupo R110R30

Discussão

Embora as cerâmicas a base de zircônia suportem cargas, com boa resistência a fratura *in vitro* (GUAZZATO et al. 2004), a obtenção de uma adesão confiável entre cerâmicas de Y-TZP e agentes de cimentação resinosos é pré-requisito para que o sucesso e longevidade clínica sejam alcançados (BURKE et al. 2002; OYAGUE et al. 2009). Estudos têm focado na seleção do cimento como fator para obtenção de uma adequada adesão de restaurações protéticas com infraestruturas de zircônia (BURKE et al. 2002) no entanto, as preocupações continuam quanto a identificação da melhor metodologia de cimentação (OZCAN, NIJHUIS e VALANDRO 2008).

Para Thompson et al.(2011) a obtenção de união satisfatória entre um cimento resinoso e a superfície da cerâmica requer um pré-tratamento. Técnicas

convencionais de adesão não são eficientes para zircônia, devido a diferenças que existem nas propriedades físicas, composição e microestrutura deste tipo de material cerâmico (KERN E WEGNER, 1998; SABATINI et al. 2013). Portanto, Blatz et al.(2010) sugeriram que materiais cerâmicos de alto conteúdo cristalino, necessitam de técnicas adesivas alternativas para união satisfatória aos cimentos resinosos.

Os tratamentos de superfície são utilizados para promover a interação entre a cerâmica e o cimento (GUESS et al. 2010; QEBLAWI et al. 2010; DE CASTRO et al.2012). A contribuição física para o processo de adesão depende da topografia superficial do substrato e pode ser caracterizada pela sua energia de superfície. Alterações da topografia da superfície por meio de condicionamento ou jateamento resultará em mudanças na superfície e na molhabilidade do substrato (ATSU et al. 2006).

O aumento na energia de superfície da cerâmica, obtido por meio de tratamentos químicos e mecânicos, pode melhorar a resistência de união entre cerâmica e cimento (DELLA BONA, 2007b). Para se avaliar a reatividade de uma superfície cerâmica usada neste estudo, determinou-se a energia livre superficial (ELS) pela medição do ângulo de contato formado por um conjunto de líquidos sobre a superfície pela técnica da goniometria (COMBE, OWEN e HODGES, 2002).

Algumas técnicas, especialmente o jateamento com partículas de óxido de alumínio, têm sido reportadas por aumentar a área e a energia de superfície e tem o intuito de promover microretenções mecânicas que auxiliam na fixação do cimento a superfície (RE et al.2008; BLATZ et al.2010; CASUCCI et al. 2010; GOMES et al. 2013). Corroborando com nossos achados, onde o grupo A45 (65,50), e A80 (78,37) apresentaram menor ângulo de contato e conseqüentemente maior molhabilidade que o grupo sem tratamento (110,61). Para Monaco et al.(2011); Subasi e Inan (2012) o jateamento de partículas abrasivas de Al_2O_3 pode ser realizado com os tamanhos de 50 a 250 μ m. Nesse estudo, foram utilizados partículas de 45 μ m e 80 μ m.

Já a utilização do Rocatec é considerado como tratamento padrão ouro quando se busca maior adesão em cerâmicas de Y-TZP (CHAI,CHU e CHOW 2011). Para este tipo de procedimento faz-se uso de partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, podendo se utilizar dois tamanhos de partículas, 30 ou 110 μ m (AMARAL et al. 2006; DELLA BONA et al. 2007; CHAI, CHU e CHOW 2011). De acordo com o

resultado dessa pesquisa, o R110+30 (61,54), e o R30 (61,91) apresentaram menores ângulos de contato, demonstrando que estes tratamentos levam a uma maior molhabilidade desta cerâmica. Além de limpar a superfície e aumentar a energia de superfície, a utilização do Rocatec[®] confere uma aspereza uniforme, melhorando a retenção micro mecânica do cimento resinoso (AMARAL et al. 2006; DELLA BONA et al. 2007b; CHAI, CHU e CHOW 2011).

Os maiores ângulos de contato e conseqüentemente menor molhabilidade, dos grupos R110 (80,68) e AL80 (78,37), são justificados pelo estudo de Amaral et al. (2006), onde afirmaram que partículas maiores produzem superfícies menos homogêneas, com maiores irregularidades e conseqüentemente maior rugosidade. Os substratos preparados para os testes de molhamento devem ser: lisos, planos, horizontais. Porém, as superfícies dos sólidos não são perfeitas e em virtude disso pode haver alterações locais nas energias superficiais, proporcionando então a obtenção de valores de ângulo de contato diferentes de uma condição de equilíbrio. A esta variação do molhamento é dado o nome de histerese do ângulo de contato. Superfícies rugosas tendem a ter uma alta histerese no ângulo de contato pelo aprisionamento de ar nos vales (DECKER E GAROFF 1997; HIRATA et al.1998; LONG et al. 2005).

Para Amaral et al. (2006) com a utilização de partículas menores no jateamento, imagina-se conquistar maior penetração do que com partículas de 110 μ m. Isto porque a velocidade de impacto é maior para as partículas de menor tamanho e peso, resultando em sulcos mais profundos que resultam na maior molhabilidade dos grupos, R30 (61,91), C30 (62,66) e A45 (65,50).

Buscando associar as vantagens do jateamento com partículas menores com as vantagens do jateamento com partículas maiores, foi proposta neste estudo a mistura de pó contendo dois tamanhos de partículas. A molhabilidade deste grupo R110R30 (61,54) foi semelhante à dos grupos com partículas menores.

Com o intuito de avaliar qualitativamente a superfície cerâmica após o tratamento de superfície foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) (NAGATANI et al., 1987). Como puderam ser observadas, as imagens apresentaram se bastantes distintas uma das outras, pois tanto no jateamento com óxido de alumínio bem como na silicatização, a cerâmica se mostrou visivelmente modificada em sua superfície. Foi verificado que o grupo que não recebeu tratamento de

superfície mostrou-se mais plana e sem irregularidades. O grupo AL80 (Figura 15) apresentou microporosidades irregulares maiores que os grupos AL45 (Figura 14), R30 (Figura 17) e C30 (Figura 16). Resultados parecidos foram encontrados por Curtis et al. (2006); Souza (2009) que observaram com o auxílio de MEV, que jateamento com Al_2O_3 de 50 μm a 110 μm modificam a superfície da cerâmica, causando danos em forma de crateras.

No grupo R110 (Figura 18) é possível observar a formação de poros também irregulares, porém maiores que de todos os grupos citados anteriormente. Burke et al. (2002); De Castro et al. (2012) também utilizaram partículas de SiO_2 de 100 μm e os autores concluíram que a silicatização depositou uma camada de sílica nas superfícies cerâmicas devido à alta pressão no impacto das partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica no substrato condicionado. Semelhantes ao resultado obtido nesta pesquisa.

Os poros superficiais se apresentaram mais regulares no grupo R110+30 (Figura 19). Acredita-se que a mudança da topografia das amostras jateadas com SiO_2 não se deve apenas à formação de crateras (depressões) causados pelo jateamento, mas também pelo acúmulo de sílica (aposição) na superfície da cerâmica (Della Bona et al. 2007; De Castro et al. 2012), que segundo alguns estudos promove um aumento da união entre cerâmica e cimento resinoso (PIWOWARCZYK, LAUER e SORENSEN 2005; ATSU et al. 2006; CATTANI LORENTE et al. 2010; PASSOS et al. 2010; ATTIA 2011).

Em estudo de Atsu et al. (2006), após observação de amostras previamente jateadas de Y-TZP, em MEV, observaram diferenças entre a topografia superficial dos espécimes jateados com Al_2O_3 e os cobertos com sílica. Também foi possível perceber a fina textura superficial encontrada nas amostras tratadas com Cojet® em comparação com aquelas jateadas apenas com Al_2O_3 de 125 μm .

O método de revestimento de sílica consiste em um jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica e aplicação de um agente silano (AKYIL, UZUN e BAYINDIR, 2010; ATTIA, 2011; MATINLINNA et al. 2011; DE CASTRO et al. 2012, OZCAN et al. 2013). Alguns estudos apresentaram a silicatização com bons resultados de resistência de união, sendo preconizado como tratamento padrão para cimentação das coroas em zircônias por apresentar menos danos na superfície da cerâmica (PIWOWARCZYK, LAUER e SORENSEN 2005; ATSU et al. 2006; DELLA BONA et al. 2007; NOTHDURFT, MOTTER e POSPIECH 2009; AKYIL, UZUN e

BAYINDIR, 2010; PASSOS et al. 2010; OZCAN, CURA e VALANDRO, 2011). Nos estudos de Atsu et al. (2006); Della Bona et al. (2007); Cattani Lorente (2010); May et al. (2010), Chen et al. (2011), Scherrer et al. (2011) o jateamento com partículas de sílica de 30 μm (*Cojet*) apresentaram uma influência relevante sobre a resistência de união e a durabilidade do vínculo zircônia e cimento resinoso. Diferindo dos resultados obtidos neste estudo, onde o grupo com ciclagem térmica C30 (2,132) apresentou baixa resistência de união, sendo semelhante ao grupo sem tratamento (1,86). Fato semelhante foi encontrado na pesquisa de Chai, Chu e Chow (2011), onde não foram encontrados diferenças no valor de resistência quando comparados ao grupo controle. Para Piwowarczyk, Lauer e Sorensen (2005); Vagkopoulou et al. (2009); Chai, Chu e Chow (2011) o sistema Rocatec proporcionou uma união maior que a obtida com o jateamento com partículas de Al_2O_3 . Corroborando com os resultados obtidos onde o R110 (7,175) apresentou melhor valor de resistência de união.

Na comparação entre ambos os sistemas de silicatização, observou-se que o Rocatec 110 μm (7,175) promoveu resistência ao cisalhamento significativamente maior que o Cojet Sand. Embora reações químicas entre silano/sílica e silano/cimento devam ter ocorrido, em ambos os grupos, o tamanho da partícula foi o fator diferencial. Para Almeida-Júnior et al. (2010) a superioridade do Rocatec sobre o Cojet Sand pode ser justificada pelo maior tamanho de partícula do Rocatec (110 μm), fator este que poderia ser favorável à promoção de maior rugosidade superficial resultando em maior retenção mecânica e, conseqüentemente, em maior resistência ao cisalhamento.

Para Cavalcanti (2009); Kulunk et al. (2011); Monaco et al. (2011); Gomes et al. (2013) o uso do jateamento com partículas de óxido de alumínio é o tratamento de superfície indicado com maior frequência para melhorar a resistência de união entre cimentos resinosos e a superfície da zircônia. De acordo com resultados obtidos nesta pesquisa, o grupo R110 (7,175) e o grupo A80 (4,927) obtiveram valores estatisticamente semelhantes de resistência de união. Sendo maiores que todos os outros grupos ciclados. Trabalhos de Ozcan et al. (2008) também não encontraram diferenças estatísticas entre esses grupos. Michida et al. (2003); Matinlinna et al. (2006) acreditam que cerâmicas de alta resistência, como a zircônia, são materiais compactos, difíceis de serem jateados. Devido a isso, seria de se esperar que a

abrasão com partículas de tamanho maior produziram maior rugosidade superficial e, conseqüentemente, maior retenção micromecânica.

Para Guazzatto et al. (2004); Sato et al. (2008); Zhang et al. (2010); Souza et al. (2013) o jateamento pode danificar de maneira significativa a superfície da zircônia, criando micro-trincas. Entretanto tais aspectos estão diretamente relacionados ao tamanho e ao tipo de partícula utilizada no jateamento. Kosmac et al. (2000) relataram que após o jateamento com alumina, uma camada de 60 μ m de cerâmica é removida da superfície. Esse dano causado na superfície da cerâmica, apesar de ser microscópico, influencia negativamente de maneira muito significativa a resistência mecânica da cerâmica (SCARANO et al. 2004; STUART et al. 2007). O grupo A45(3,751) e R30(4,164) ciclados tiveram valores parecidos de resistência de união. Fato esse justificado pelo tamanho semelhante de partícula. Porém estudos de Re et al. (2008) relataram que o jateamento com partículas de tamanhos diferentes de 50 e 110 μ m na superfície da cerâmica Y-TZP, também não resultaram em diferença estatisticamente significativa na resistência de união.

Embora a cobertura triboquímica proporcione supostamente retenção mecânica ultrafina e incorporação de superfícies tratadas com partículas de sílica (Oyague et al. 2009), de acordo com estudos que investigaram a durabilidade da união ao cimento resinoso, este procedimento também perde sua eficácia com o passar do tempo. As partículas de sílica se desprendem da superfície da zircônia causando infiltração e descolamento das peças (KERN e WEGNER, 1998; KULUNK et al. 2011; CHEN et al. 2011; DE CASTRO et al. 2012). Outro fator que é o ponto fraco da união zircônia/cimento resinoso é a degradação hidrolítica sofrida por ambas as partes (LI e WATANABE 1998; MANICONE, ROSSI IOMMETTI e RAFFAELLI 2007; DELLA BONA 2009; CHEVALIER et al. 2011). O que explica o resultado de algumas pesquisas (Valandro et al. 2007; Passos et al. 2010; Qeblawi et al. 2010; De Castro et al. 2012) que após envelhecimento os valores de adesão diminuíram significativamente.

Além disso, o jateamento pode produzir microtrincas, as quais reduzem a longevidade e resistência das restaurações de zircônia em cerca de 20% a 30%. A pressão excessivamente alta durante o jateamento pode dar início a uma transição de fase, e acelerar a formação de microfissuras. As diferenças no tamanho das partículas C30(2,132) e R110(7,175) e tempo de aplicação podem induzir

discrepâncias nos resultados alcançados (HEIKKINEN et al. 2007; SOUZA 2007; SATO et al. 2008; GUESS et al. 2010). Uma possível explicação para o fato do grupo Rocatec 110µm ter sido pior que o grupo Cojet 30 µm.

Já que os trabalhos de Piwowarczyk, Lauer e Sorensen (2005); Atsu et al. (2006); Della Bona et al. (2007); Akyil,Uzun e Bayindir (2010); Passos et al. (2010); Ozcan, Cura e Valandro (2011), Attia (2011); Matinlinna et al. (2011); De Castro et al. (2012) realizaram a ciclagem térmica das amostras, com exceção dos trabalhos de Atsu et al.(2006), Nothdurfft,Motter e Pospiech (2009); Chen et al.(2011),Monaco et al.(2011) e apresentaram diferença significativa entre os tipos de tratamento de superfície. Isto evidenciou a necessidade de serem feitos o envelhecimento das amostras no intuito de comparação entre os valores de adesão e o tipo de tratamento de superfície. Sendo assim, foi realizado o envelhecimento das amostras com a utilização de 3000 ciclos térmicos, conforme observado em trabalhos na literatura (ZHANG, MASUMI e SONG 2010; CHEN et al. 2011). E concluiu-se que a termociclagem reduziu os valores de resistência de união em todos os grupos, independente do tratamento de superfície. E que o tipo de tratamento de superfície para o grupo a seco, não influenciou nos resultados de resistência de união (p-valor=0,238), ou seja, não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos. Corroborando com os estudos de Lindgren et al. (2008) que não apresentaram diferença significativa antes da ciclagem.

Quanto á análise de falha, os resultados do presente estudo (Figura 27 a 32), para falhas adesivas estão de acordo com os encontrados na literatura (Della Bona et al.2007,Kim et al. 2011), onde há uma maior ocorrência de padrões de fratura adesiva e mista, não sendo identificada nenhuma fratura coesiva na zircônia (OYAGUE et al. 2009). Resultado que demonstra que o teste de resistência de união utilizado, foi eficiente em avaliar a interface adesiva da cerâmica.

Diante dos resultados apresentados nesta pesquisa, pode-se afirmar que os tratamentos de superfície geram microrretensões na superfície de cerâmicas de Y-TZP sendo indicados nos protocolos de cimentação para melhorar a união entre a zircônia e o cimento. Embora resultados de microscopia e goniometria pudessem mostrar que o jateamento com partículas menores proporcionaram superfícies mais

homogêneas e com maior molhabilidade, valores obtidos de resistência de união após envelhecimento, mostraram resultados melhores para partículas de maior tamanho.

Ensaio clínico randomizado adicional são necessários para prever de maneira real o comportamento clínico de coroas ou próteses fixas com infraestrutura em Y- TZP com superfícies previamente tratadas, no intuito de validar clinicamente os achados laboratoriais descritos nesta pesquisa.

7 CONCLUSÃO

1. O Jateamento de superfície com Cojet 30 μ m, Rocatec 30 μ m e R110R30 proporcionaram maior molhabilidade de superfície da cerâmica estudada.
2. A ciclagem térmica influenciou os valores de resistência de união de todos os grupos.
3. Os maiores valores de resistência de união foram para os grupos onde se realizou jateamento com óxido de alumínio 80 μ m e com Rocatec 110 μ m. Apesar dessa união não ser durável.
4. Partículas maiores apesar de causarem maiores danos a superfície cerâmica, produzem valores de resistência de união altos.
5. O protocolo de jateamento de silicatização com partículas maiores foi o tratamento que promoveu ao mesmo tempo maior molhabilidade e maior resistência de união.

REFERÊNCIAS

- AKYIL, M. S.; UZUN, I. H.; BAYINDIR, F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. **Photomed Laser Surg**, v. 28, n. 6, p. 801-8, Dec 2010.
- ALMEIDA-JÚNIOR AA, FO NSECA RG, HANEDA IG, ABI-RACHED FO, ADABO GL. Effect of surface treatments on the bond strength of a resin cement to commercially pure titanium. **Braz Dent J**.v.21 p.111-6, 2010.
- ALVES JR, C. et al. Nitriding of titanium disks and industrial dental implants using hollow cathode discharge. **Surface and Coatings Technology**, v. 194, n. 2–3, p. 196-202, 2005.
- AMARAL ,R et al. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. **J Biomed Mater Res B Applied Biomaterials**, v.85, n.1, p.1-9, 2008.
- AMARAL, R. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. **Dent Mater**, v. 22, n. 3, p. 283-90, Mar 2006.
- ATSU, S. S. et al. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **J Prosthet Dent**, v. 95, n. 6, p. 430-6, Jun 2006.
- 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. 388-95, Aug 2011.
- BEUER F, EDELHOFF D, GERNET W, SORENSEN JA. Three-year clinical prospective evaluation of zirconia-based posterior fixed dental prostheses (FDPs). **Clin Oral Invest**.v.13,N.4,P.445-51, 2009a.
- BLATZ, M. B. et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. **Clin Oral Investig**, v. 14, n. 2, p. 187-92, Apr 2010.
- BONFANTE E.A, SAILER I, SILVA N.R.S.A, THOMPSON V.P, REKOW E.D,COELHO P.G. Failure modes of Y-TZP crowns at different cusp inclines. **J Dent**.v.38, p.707-712, 2010
- BURKE, F. J.; FLEMMING, G. I.; NATHANSON, D.; MARQUIS, P. M. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. **Journal of Adhesive Dentistry**, New Malden, v.4, n.1, p. 7–22, primavera 2002
- CARVALHO R.S. Efeito de um agente primer e de ciclos térmicos para cocção de porcelana na resistência de união adesiva entre alumina e cimento resinoso [tese]. Bauru(SP): Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo;2009.
- CASUCCI, A. et al. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. **Dent Mater**, v. 26, n. 8, p. 751-60, Aug 2010.

- CAVALCANTI, A. N. et al. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Oper Dent**, v. 34, n. 3, p. 280-7, May-Jun 2009.
- CHAI, J.; CHU, F. C.; CHOW, T. W. Effect of surface treatment on shear bond strength of zirconia to human dentin. **J Prosthodont**, v. 20, n. 3, p. 173-9, Apr 2011.
- CHEN, L. et al. Evaluation of silica-coating techniques for zirconia bonding. **Am J Dent**, v. 24, n. 2, p. 79-84, Apr 2011.
- COMBE, E.C.; OWEN, B.A.; WAHL, A.J. The effect of acquired salivary pellicle on the surface free energy and wettability of different denture base materials. **J Dent**. v.30, 7-8, p.383, Sep-Nov.2002.
- CRISTOFORIDES et al. Composite resin to yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: comparison of repair methods. **Oper Dent**.v.37,n.3, p.263-71, 2012.
- CURTIS et al. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. **J Dent**.v.34, p.195-206. 2006.
- DE CASTRO, H. L. et al. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. **Dent Mater**, v. 28, n. 11, p. 1191-7, Nov 2012.
- DE MUNCK, J. et al. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. **Dent Mater**, v. 20, n. 10, p. 963-71, Dec 2004.
- DELLA BONA, A. **Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico**. São Paulo: Artes Médicas, 2009.
- DELLA BONA, A. et al. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. **Braz Oral Res**, v. 21, n. 1, p. 10-5, Jan-Mar 2007.
- DELLA BONA, A. et al. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic, **Dent. Mater**. v.23, p.769, 2007.
- DENRY, I.; KELLY, J. R. State of the art of zirconia for dental applications. **Dent Mater**, v. 24, n. 3, p. 299-307, Mar 2008.
- ELIAS, C. N.; SANTOS, C. Próteses cerâmicas produzidas por usinagem CAD/CAM. **Rev Implantnews**, v.7, n.2, p.263-6, Summer 2010.
- GOMES, A. L. et al. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. **J Dent**, v. 41, n. 1, p. 31-41, Jan 2013.
- GUAZZATO, M. et al. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. **Dent Mater**, v. 20, n. 5, p. 441-8, Jun 2004.
- GUAZZATO M, QUACH L, ALBAKRY M, SWAIN MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. **J Dent**.v.33, p.9-18,2005.

GUESS, P. C. et al. Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment. **J Dent Res**, v. 89, n. 6, p. 592-6, Jun 2010.

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

IMAMURA et al. Enhancement of resin bonding to heat-cured composite resin. **Oper Dent**. v.21,n.6, p.249-56,1996.

INOKOSHI, M. Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. **Dent Mater**. v. 30, n.6, p.669-678. Jun. 2014

JARDEL, V. et al. Surface energy of etched ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 12, n. 5, p. 415-8, Sep-Oct 1999.

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

KEUPER, M. BERTHOLD, C. NICKEL, K.G. Long-time aging in 3 mol.% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals at human body temperature. **Acta Biomater**. v.10, n.2, p.951-959. Feb. 2014

KIM, M. J. et al. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. **J Dent**, v. 39, n. 11, p. 795-803, Nov 2011.

KINA, S. et al. Laminados Cerâmicos. In: _____. **Odontologia estética: o estado da arte**. 1. ed. São Paulo: Artes Médicas, p. 181-202, 2004.

KOSMAC, T et al. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. **Dent Mater**. V.15, p.426-433,1999.

KOSMAC T, OBLAK C, JEVNIKAR P, FUNDUK N, MARION L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP. Dent Ceram. **J Biomed Mater Res**. (Appl Biomater), v.53, p.304-13. 2000.

KULUNK, S. et al. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. **Acta Odontol Scand**, v. 69, n. 2, p. 88-94, Mar 2011.

LINDGREN J, SMEDS J, SJOGREN G. Effect of surface treatments and aging in water on bond strength to zirconia. **Operative Dentistry**.v.33, n.6, p.675-81, 2008.

LORENTE, M. C. et al. Surface roughness and EDS characterization of a Y-TZP dental ceramic treated with the CoJet™ Sand. **Dent mater**, v. 2, p. 1035–1042, 2010.

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

MATINLINNA, J.P.; HEIKKIEN, T.; OZCAN, M.; LASSILA, L.; VALLITTU, P.K. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. **Dent Mater**, v. 22, p. 824-831, 2006.

MATINLINNA, J. P.; LASSILA, L. V. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. **Dent Mater**, v. 27, n. 3, p. 273-80, Mar 2011.

MAY LG, PASSOS SP, CAPELLI DB, OZCAN M, BOTTINO MA, VALANDRO LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. Journal of biomedical materials research Part B, **Applied Biomaterials**. v.95, n.1, p.69-74, 2010.

MAY, L. G. et al. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 95, n. 1, p. 69-74, Oct 2010.

MICHIDA, S. M et al. Effect of surface treatment of a glass-infiltrated alumina ceramic on the microtensile bond strength. **Journal of Applied Oral Science**, Bauru, v. 11, n. 4, p. 361-366, nov.-dez.2003.

MIYASHITA, E., PELLIZER, E. P., KIMPARA, E. T. Reabilitação oral contemporânea baseada em evidências científicas. 1ª edição. Nova Odessa Brasil. Editora Napoleão. p.273-311. 2014.

MIYAZAKI, T.; HOTTA, Y. CAD/CAM systems available for the fabrication of crown and bridge restorations. **Aust Dent J**, v. 56 Suppl 1, p. 97-106, Jun 2011.

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

MOON, J. E. et al. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. **Dent Mater**, v. 27, n. 7, p. 651-63, Jul 2011.

NAGATANI ,T.; SATO, S. S. N.; YAMADA, M. Development of an ultra high resolution scanning electron microscope by means of field emission source and in-lens system. **Scanning Microscopy**. v.1, n.3, p.901-909,1987

NOTHDURFT, F. P.; MOTTER, P. J.; POSPIECH, P. R. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. **Clin Oral Investig**, v. 13, n. 2, p. 229-35, Jun 2009.

OYAGUE, R. C et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dental Materials**, Washington, v. 25, n.2, p. 172–179, fev. 2009

OZCAN M, NIJHUIS H, VALANDRO LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. **Dent Mater J**, v.27,n.1, p.99-104, 2008.

OZCAN M. The use of chairside silica coating for different dental applications: a clinical report. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.87, n.5, p.469-72, 2002.

OZCAN, M.; CURA, C.; VALANDRO, L. F. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. **Odontology**, v. 99, n. 1, p. 62-7, Jan 2011.

OZCAN M, RAADSCHELDERS J, VALLITTU P, LASSILLA L. Effect of particle deposition parameters on silica coating of zirconia using a chairside air-abrasion device. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.15, n.3, p.211-4, 2013.

PASSOS, S. P. et al. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. **Oper Dent**, v. 35, n. 6, p. 689-96, Nov-Dec 2010.

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

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

RAIGRODSKI, A. J. et al. The efficacy of three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: A prospective clinical pilot study. **J Prosthet Dent**, v.96, n.4, p. 237-44, 2006.

RE, D. et al. The effect of surface treatment on the adhesion of resin cements to Y-TZP. **Eur J Esthet Dent**, v. 3, n. 2, p. 186-96, Summer 2008.

ROMAN-RODRIGUEZ, J. L. et al. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. **Med Oral Patol Oral Cir Bucal**, v. 18, n. 1, p. e115-23, Jan 2013.

SABATINI, C.; PATEL, M.; D'SILVA, E. In vitro shear bond strength of three self-adhesive resin cements and a resin-modified glass ionomer cement to various prosthodontic substrates. **Oper Dent**, v. 38, n.2, p.186-96, Summer 2013.

SAILER I *et al.* Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. **Int J Prosthodont**, v.20, n.4, p.383-388, 2007

SANTOS, S.P et al. Avaliação da resistência ao cisalhamento da união resina composta-porcelana em função de diferentes tipos de adesivos dentinários. **JBC**. Curitiba, v.4, n.24, p. 35-38, 2000.

SATO H, YAMADA K, PEZZOTTI G, NAWA M, BAN S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. **Dental materials**, v.27,n.3,p.408-14, 2008.

SCARANO A, PIATTELLI M, CAPUTI S, FAVERO GA, PIATTELLI A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disks: an in vivo human study. **J Periodontol**.v.75, p.292-6, 2004.

SCHERRER, S. S. et al. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 µm silica-coated alumina particles. **Dent Mater**, v. 27, n. 2, p. e28-42, Feb 2011.

STUDART AR, FILSER F, KOCHER P, LUTHY H, GAUCKLER LJ. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. **Dent Mater**. v.23, p.177-85, 2007.

SOUZA, R.O.A. Avaliação das discrepâncias marginal vertical e interna de coroas totais cerâmicas confeccionadas por um sistema CAD/CAM, variando o término cervical [Dissertação de Mestrado]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007, 133f.

SOUZA ROA. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria. [Tese de Doutorado]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2009, 155p.

SOUZA ,R.O.A; MUTLU O.E ;EDUARDO M. **Reabilitação Oral-- Previsibilidade e Longevidade** Livro Oficial do 11º CIOMIG 2011 Wilson Batista Mendes, Eduardo Miyashita e Gustavo Gomes de Oliveira Capítulo 18 – Zircônia na Odontologia: Vantagens e possíveis limitações.

SOUZA R.O.A; VALANDRO L.F, MELO R.M, MACHADO J.P, BOTTINO M.A,OZCAN M. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, v.26, p.155-63, 2013.

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

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

VAGKOPOULOU, T. et al. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. **Eur J Esthet Dent**, v. 4, n. 2, p. 130-51, Summer 2009.

VALANDRO, L. F. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. **International Journal of Prosthodont**, v. 20, p. 70-72, 2007.

VANDERLEI A, BOTTINO M, VALANDRO L. Evaluation of Resin Bond Strength to Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia and Framework Marginal Fit: Comparison of Different Surface Conditionings. **Operative dentistry**,v.39, n.1, p.50-63, 2014.

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

YUN J.Y et al. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. **Dent Mater.** V.26,n.7, p.650-8, 2010.

Zhang, B. R. et al. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics, **Int. J. Prosthodont**,v.19, p.442, 2006

ZHANG, W.; MASUMI, S. I.; SONG, X. M. Bonding property of two resin-reinforced glass-ionomer cements to zirconia ceramic. **Quintessence Int**, v. 41, n. 7, p. e132-40, Jul-Aug 2010.

