

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

Jean Soares Miranda

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE CIMENTAÇÃO DE
UMA CERÂMICA YTZ-P VITRIFICADA**

Juiz de Fora

2016

JEAN SOARES MIRANDA

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE CIMENTAÇÃO DE
UMA CERÂMICA YTZ-P VITRIFICADA**

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

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

Juiz de Fora

2016

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Miranda, Jean Soares.

Avaliação de diferentes protocolos de cimentação de uma cerâmica Y-TZP vitrificada. / Jean Soares Miranda. -- 2016. 79 f.

Orientadora: Fabíola Pessôa Pereira Leite

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, 2016.

1. zircônia. 2. vitrificação. 3. adesão. I. Leite, Fabíola Pessôa Pereira, orient. II. Título.

JEAN SOARES MIRANDA

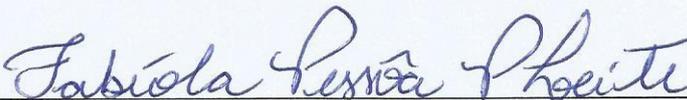
**“AVALIAÇÃO DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE CIMENTAÇÃO DE UMA
CERÂMICA YTZ-P VITRIFICADA”**

ORIENTADORA: Profª. Drª. Fabíola Pessoa Pereira Leite

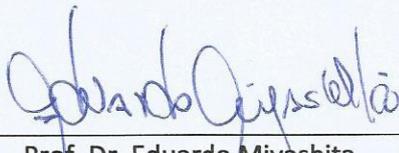
Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da
Universidade Federal de Juiz de Fora, como parte dos requisitos (parcial) para obtenção
do título de Mestre em Clínica Odontológica.

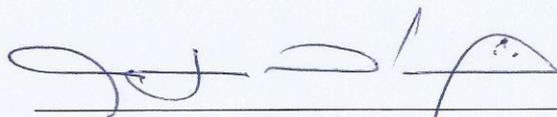
Aprovado em 25/01/16.

BANCA EXAMINADORA



Profª. Drª. Fabíola Pessoa Pereira Leite
Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF)


Prof. Dr. Eduardo Miyashita
Universidade Paulista (UNIP)



Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara
Universidade Estadual Paulista (UNESP)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a **DEUS**, por esse ano de 2015. Ano de mudanças, crescimento e aprendizado.

Agradeço também aos meus pais **Marco Aurélio e Gisele** por apoiarem incondicionalmente as minhas decisões. Contando com eles, sei que posso alçar voos com segurança, pois sempre estarão prontos a me escutar e apoiar.

À professora **Fabíola Leite**, minha orientadora, agradeço pela atenção, confiança, oportunidades, aprendizado, encorajamento e por contribuir muito para o meu amadurecimento.

Ao amigo, **Ronaldo Carvalho**, pela ajuda imensa em todo este trabalho, com disponibilidade incondicional para que o melhor trabalho fosse feito. Agradeço por sempre me acompanhar, responder minhas dúvidas com toda a paciência e sabedoria.

Ao professor **João Paulo Machado**, do INPE, pela ajuda na realização das análises complementares deste estudo. Agradeço a solicitude.

Ao professor **Júlio Brigolini**, pelo aprendizado e pelos conselhos valiosos que só somaram a este trabalho.

Ao **Rodrigo Carvalho**, sempre sábio e disposto a ajudar, pela ajuda e apoio para a realização deste estudo.

Aos professores **Eduardo Miyashita e Estevão Kimpara**, pela honra de tê-los em minha banca de dissertação. Além disso, pelas oportunidades concedidas.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, em nome da Diretora Prof^a **Maria das Graças Afonso Miranda Chaves**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, em nome do Coordenador Prof^a **Antônio Márcio Resende do Carmo**.

Aos **professores do Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica** pelas oportunidades de aprendizagem e troca de experiências.

À secretária de Pós-Graduação, **Wanessa Alonso e Letícia Gonçalves**, pela paciência e disponibilidade para prestar assistência.

Ao funcionário do Laboratório de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da UFJF, **Silvério**, pela prestatividade e colaboração para a realização deste trabalho.

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

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

À **FAPEMIG**, pela bolsa concedida, viabilizando a elaboração do projeto e o aprimoramento profissional.

Aos colegas e amigos do mestrado, em especial a **Cristina Novais** e a **Natália Malta**, obrigado pelos momentos únicos partilhados entre risos e preocupações. A amizade e o apoio de vocês foram fundamentais para que eu chegasse até aqui.

Aos colegas e amigos da especialização, em especial a **Camila Furtado**, **Juliana Godói**, **Marco Alvarenga**, **Milene Oliveira** e **Thiago Amaral**, obrigado por compartilhar os momentos de aprendizado.

A todos, o meu muito obrigado!

“A ciência é feita de erros. Mas são erros úteis, porque eles levam, pouco a pouco, à verdade.”

(Júlio Verne)

MIRANDA, J. S. **Avaliação de diferentes protocolos de cimentação de uma cerâmica Y-TZP vitrificada.** Juiz de Fora (MG), 2015. 51f. Apresentação de Dissertação (Curso de Pós-Graduação stricto sensu – Mestrado em Clínica Odontológica) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora (MG).

RESUMO

O objetivo dessa pesquisa foi avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, sobre a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP vitrificada e um cimento resinoso. Blocos pré-sinterizados de cerâmica Y-TZP (IPS e.max[®] ZirCAD - Ivoclar-Vivadent) foram cortados para obtenção de 40 amostras. Previamente à sinterização, os blocos foram regularizados com lixas d'água de granulação #180, #600 e #1200. Eles foram, então, divididos aleatoriamente em quatro grupos (n=10), sendo um o grupo controle no qual foi realizada a silicatização com Rocatec Soft (RS) e três grupos teste vitrificados com *glaze* spray (VITA Akzent Plus, Vita Zanhfabrik, Bad Sachingen, Alemanha), com diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (Condac Porcelana, FMG, Brasil) executado na superfície destinado a adesão: por 20s (GS20s), 60s (GS60s) ou 100s (GS100s). Para cimentação foi utilizado um adesivo universal (Single Bond Universal, 3M ESPE) contendo monômero MDP em sua composição e um cimento resinoso dual (RelyX Ultimate, 3M ESPE). Em cada bloco foram obtidas duas colunas de cimento, totalizando 20 amostras por grupo. Após termociclagem, o teste de cisalhamento foi realizado (EMIC,DL 2000), a resistência de união foi registrada e utilizada para cálculo da resistência adesiva. Além disso, a análise de falha também foi realizada em todas as amostras com um estereomicroscópio (Stemi 2000-C). Uma amostra extra de cada grupo teve metade de sua superfície tratada para obtenção de imagens por perfilometria e microscopia eletrônica de varredura (MEV), além de realização de espectrometria por energia dispersiva (EDS). O teste de Kruskal-Wallis apresentou *p* valor igual a 0,001 e o teste de Dunn demonstrou diferença apenas do grupo RS (22,10Mpa) para os grupos GS (GS20s: 8,10Mpa; GS60s: 10,49; GS100s: 7,53), porém não houve nenhuma diferença dentre os diferentes grupos GS. As imagens de perfilometria e MEV revelaram um padrão irregular de disposição do *glaze* após o condicionamento com HF 10%. Por meio da perfilometria foi possível aferir a espessura da camada do *glaze* remanescente (GS20s: 5 ± 1µm; GS60s: 4 ± 1µm; GS100s: 3 ± 1µm). Todas as falhas foram adesivas. E foi possível concluir que a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP vitrificada e um cimento resinoso com MDP não é influenciada por diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico.

PALVRAS-CHAVE: zircônia, vitrificação, adesão.

MIRANDA, J. S. Avaliação de vários protocolos de avaliação de uma cerâmica Y-TZP. Juiz de Fora (MG), 2015. 51f. Apresentação de Dissertação (Curso de Pós-graduação em Clínica Odontológica - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora (MG)).

ABSTRACT

The purpose of this research is to evaluate the influence of conditioning time with hydrofluoric acid on the bond strength of a Y-TZP glazed ceramics and a resin cement. Ceramic pre-sintered Y-TZP blocks (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar Vivadent-) were cut to obtain 40 samples. Prior to sintering the blocks were smoothed with sandpaper water granulation #180, #600 and #1200. They were then randomly divided into four groups (n = 10), one control group was performed silicatization with Rocatec Soft (RS) and three vitrified test groups with different acid conditioning times surface: GS20s, GS60s and GS100s (application hydrofluoric acid for 20, 60 and 100 seconds respectively). For cementation was used a universal adhesive containing the MDP monomer in its composition (Single Bond Universal, 3M ESPE) and a dual resin cement (RelyX Ultimate, 3M ESPE). In each block was obtained two cement columns, totaling 20 samples per group. After thermocycling, the shear test was performed (EMIC, DL 2000), the maximum force to fracture was recorded and used to calculate the bond strength. Furthermore, the failure analysis was also performed with a esteriomicroscópio (Stemi 2000-C). An extra sample of each group had half of its surface treated to obtain images by profilometry and scanning electron microscopy (SEM), as well as conducting energy dispersive spectrometry (EDS). The Kruskal-Wallis test showed a p value of 0.001 and the Dunn test demonstrated differences only the RS group (22,10Mpa) for GS groups (GS20s: 8,10Mpa; GS60s: 10.49; GS100s: 7.53), but there was no difference among different GS groups. The profilometry and SEM images revealed an irregular pattern of glaze layout after conditioning with HF 10%. By profilometry it was possible to measure the thickness of the remaining glaze layer (GS20s: $5 \pm 1\mu\text{m}$; GS60s: $4 \pm 1\mu\text{m}$; GS100s: $3 \pm 1\mu\text{m}$). All failures were adhesive. And it concluded that the bond strength between Y-TZP glazed pottery and a resin cement with MDP is not influenced by different conditioning times with hydrofluoric acid.

KEYWORDS: *zirconia, glaze, adhesion*

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01:	Amostra cerâmica cortada e regularizada, demonstrando a espessura, verificada por um paquímetro digital, antes da sinterização final	46
Figura 02:	Amostras posicionadas no forno Zyrcomat T	47
Figura 03:	Delineamento dos grupos de estudo	47
Figura 04:	Equipamento para padronização da aplicação do Rocatec Soft	48
Figura 05:	Dispositivo adaptado para vitrificação da cerâmica Y-TZP	49
Figura 06:	VITA VACUMAT 6000 MP com os blocos vitrificados em posição	49
Figura 07:	Blocos vitrificados incluídos em resina acrílica para o condicionamento com HF	50
Figura 08:	Spray de ar-água aplicado pelo dobro do tempo do condicionamento ácido	50
Figura 09:	Aplicação do adesivo Single Bond Universal	50
Figura 10:	Amostras preparadas para cimentação	51
Figura 11:	Inserção do cimento resinoso no interior dos tygons	51
Figura 12:	Corpos de prova	52
Figura 13:	Corpo de prova em posição na máquina de ensaio universal	53
Figura 14:	O corpo de prova para análise do modo de fratura	53
Figura 15:	Perfilômetro Óptico Digital (LAS-INPE)	54
Figura 16:	Amostra do grupo RS ilustrando a falha adesiva	58
Figura 17:	Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo RS	58
Figura 18:	Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo GS20s	59

Figura 19:	Imagem da aferição da camada de <i>glaze</i> do grupo GS20s	59
Figura 20:	Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo GS60s	59
Figura 21:	Imagem da aferição da camada de <i>glaze</i> do grupo GS60s	60
Figura 22:	Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo GS100s	60
Figura 23:	Imagem da aferição da camada de <i>glaze</i> do grupo GS100s	60
Figura 24:	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo RS	61
Figura 25:	Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo RS	62
Figura 26:	Microscopia Eletrônica de Varredura (100x) do grupo GS20s	62
Figura 27:	Microscopia Eletrônica de Varredura (1.000x) do grupo GS20s	63
Figura 28:	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo GS20s	63
Figura 29:	Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS20s	64
Figura 30:	Microscopia Eletrônica de Varredura (100x) do grupo GS60s	64
Figura 31:	Microscopia Eletrônica de Varredura (1.000x) do grupo GS60s	65
Figura 32:	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo GS60s	65
Figura 33:	Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS60s	66
Figura 34:	Microscopia Eletrônica de Varredura (100x) do grupo GS100s	66
Figura 35:	Microscopia Eletrônica de Varredura (1.000x) do grupo GS100s	67
Figura 36:	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo GS100s	67
Figura 37:	Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS100s	68
Figura 38:	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da	69

cerâmica do grupo RS

- Figura 39:** Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS20s **69**
- Figura 40:** Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS60s **70**
- Figura 41:** Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS100s **70**
- Figura 42:** Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS60s indicando a área de *glaze* analisada pelo EDS **71**
- Figura 43:** Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS60s coberta pelo *glaze* **71**

LISTA DE TABELAS

Tabela 01:	Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos	45
Tabela 02:	Resultados do teste de Dunn para os valores de resistência (MPa)	57

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3D	Tridimensional
Al	Alumínio
Al₂O₃	Óxido de alumínio
ANOVA	Analysis of variance (Análise de variância)
AZ	AZ Primer
Ca	Cálcio
CAD/CAM	Computer-aided design/manufacturing (Desenho assistido por computador/fabricado)
°C	Unidade de temperatura (graus Celsius)
EDS	Microscopia e espectrometria por energia dispersiva
GS	Glaze Spray
HF	Ácido fluorídrico
MDP	Metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
min	Minutos
mm	Unidade de comprimento (milímetro)
MPa	Unidade de resistência em geral – força / área (megapascal)
MP	Monobond Plus
µm	Unidade de comprimento (micrometro)
µTBS	Resistência à microtração
n	Número de amostras por grupo
O	Oxigênio
Rpm	Rotação por minuto
RC	Rocatec Soft

s	Segundos
SBS	Teste de cisalhamento
SBU	Single Bond Universal
Si	Sílica
SU	Scotchbond Universal
ZP	Z-primer-Plus
Zr	Zircônia
ZrO₂	Dióxido de zircônio
ZP	Z-primer-Plus
Y₂O₃	Dióxido de ítrio
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio
%	Porcentagem

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
2 PROPOSIÇÃO.....	19
3 REVISÃO DE LITERATURA.....	20
4 METODOLOGIA.....	45
4.1. Material utilizado.....	45
4.2. Secção das amostras.....	46
4.3. Distribuição da amostra.....	47
4.4. Cimentação das amostras.....	49
4.5. Ciclos térmicos.....	52
4.6. Teste de resistência ao cisalhamento (SBS).....	52
4.7. Análise do Modo de Falha.....	53
4.8. Perfilometria.....	54
4.9. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	54
4.10. Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS).....	55
4.11. Análise estatística.....	55
5 RESULTADOS.....	57
5.1. Cisalhamento.....	57
5.2. Análise de estereomicroscópio.....	57
5.3. Perfilometria.....	58
5.4. MEV.....	61
5.5. EDS.....	68
6 DISCUSSÃO.....	72
7 CONCLUSÃO.....	78
REFERÊNCIAS.....	79

1 INTRODUÇÃO

Desde o final dos anos 1960, o ZrO_2 (dióxido de zircônio) já era amplamente utilizado na área biomédica porém, na Odontologia vem sendo empregado a partir de avanços da tecnologia CAD/CAM (computer-aided design/manufacturing) (CAVALCANTI et al., 2009; CASSONI et al., 2013).

A zircônia é instável em temperatura ambiente e por isso necessita de óxidos estabilizadores, como Y_2O_3 (dióxido de ítrio), responsáveis por manter a estrutura tetragonal da zircônia a essa temperatura, tornando-a uma cerâmica de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio (Y-TZP) (CASSONI et al., 2013; ÖZCAN, 2014). Nessa forma ela possui elevada estabilidade química e resistência à corrosão. Além de alta resistência mecânica, alta resistência à flexão, tenacidade à fratura, radiopacidade, biocompatibilidade e baixa condutividade térmica, tornando-a um material com bom desempenho para reabilitação oral (AMARAL et al., 2014b; CAVALCANTI et al., 2009; GARGAVA e RAM, 2013; ÖZCAN e BERNASCONI, 2015; MARTINS et al., 2015; PEREIRA et al., 2015).

Embora essas propriedades sejam importantes, o sucesso clínico das próteses cerâmicas é dependente do processo de cimentação (CAVALCANTI et al., 2009; NTALA et al., 2010). Este, que ainda não possui um protocolo definido para a zircônia (FEITOSA et al., 2015), apresenta-se como um desafio para a Odontologia, pois o método convencional de cimentação adesiva para cerâmicas vítreas, que inclui o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e silanização da superfície, não é eficiente para zircônia, devido, justamente, ao fato de este material ser altamente cristalino, sem uma fase vítrea (ÖZCAN e YETKINER, 2016). Por conseguinte, a fim de alcançar uma união durável entre a zircônia e o cimento resinoso, são necessários métodos alternativos de tratamento de superfície para gerar microretenções e/ou união adesiva (AMARAL et al., 2014b; ATTIA, 2011; GARGAVA e RAM, 2013; MARTINS et al., 2015; ÖZCAN, 2014; ÖZCAN e BERNASCONI, 2015; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014), como: jateamento com partículas de óxido de alumínio (ÖZCAN e YETKINER, 2016), irradiação com laser de Er:YAG (CAVALCANTE et al., 2009; OLIVEIRA et al 2014), jateamento com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica (silicatização – Cojet ou Rocatec) associado ao emprego de silano e cimento resinoso com MDP (metacrilóxidecilo di-hidrogênio fosfato) (ALVES

et al., 2016; CAVALCANTI et al., 2009; ÖZCAN e YETKINER, 2016), jateamento com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica prontamente silanizada (SilJet Plus) (ÖZCAN e YETKINER, 2016) e pulverização de plasma (MELO et al., 2015).

A silicatização, o método de tratamento mais utilizado, além de modificar quimicamente a cerâmica, tornando-a reativa com a resina por meio da silanização, forma rugosidades e irregularidades, aumenta a área de superfície e a capacidade de umedecimento, permitindo que o cimento possa fluir (AMARAL et al., 2014a; ATTIA, 2011; MARTINS et al., 2015; PEREIRA et al., 2015; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015; USUMEZ et al., 2013). Contudo, existem preocupações em relação a esse tratamento. A literatura afirma que o impacto dessa abrasão pode promover mudanças superficiais a longo prazo, por distorções da rede local de sílica que não se sustenta e/ou devido a emergência de uma nova fase, gerando estresse e formando fendas laterais (ANAMI et al., 2015b; MELO et al., 2015; ÖZCAN, 2014). Assim, a utilização de outros métodos sem abrasão tem sido sugerida, tais como a aplicação de uma camada de *glaze* e/ou o uso de *primers* universais na superfície de cimentação da zircônia (PEREIRA et al., 2015; RIPPE et al., 2015; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015).

O tratamento de superfície denominado vitrificação envolve a aplicação de uma fina camada de vidro de baixa fusão a superfície da cerâmica Y-TZP, visando enriquecer a superfície com óxidos de silício e permitir que o HF, que ataca seletivamente a fase vítrea do material cerâmico, altere a sua topografia, proporcionando sítios para interligação mecânica. Além disso, esse condicionamento aumenta a energia de superfície da cerâmica e, conseqüentemente, seu potencial adesivo, pré-requisito para uma união estável e durável do cimento resinoso ao substrato (AMARAL et al., 2014b; BOTTINO et al., 2015; LEITE et al., 2013; MARTINS et al., 2015; NTALA et al., 2010). Porém, o tempo ideal de condicionamento com o HF, que não cause danos microestruturais sobre a superfície de uma cerâmica vitrificada ainda não está definido.

A existência de uma grande variedade de *primers* cerâmicos torna difícil escolher o sistema correto para cada situação clínica específica. Seguindo uma estratégia simplificada, novos adesivos universais foram desenvolvidos para serem utilizados com vários materiais restauradores. Eles apresentam tanto silano, que

promove a aderência às superfícies a base de sílica, quanto monómeros fosfóricos na sua composição, um deles é MDP, concebido para se ligar a óxidos metálicos como o de zircônio (AMARAL et al., 2014a; CAVALCANTI et al., 2009; GOTTI et al., 2011; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015). Além disso, esse adesivo universal também possui cargas e solventes, que melhoram as suas propriedades de molhabilidade (AMARAL et al., 2014^a).

Os cimentos convencionais podem até ser utilizados para cimentação de restaurações de zircônia, no entanto, a cimentação adesiva é preferida no caso de retenção comprometida (ATTIA, 2011; RIPPE et al., 2015). Encontram-se no mercado cimentos resinosos com diferentes composições e indicações (KIM et al., 2011). Entretanto, ainda há pouca informação sobre o mecanismo pelo qual esses cimentos reagem com a cerâmica Y-TZP (XIE et al., 2013).

Estudos estão sendo publicados com a intenção de alcançar uma melhor adesão à zircônia. Esses ensaios envolvem uma variedade de métodos de condicionamento, promotores de adesão ou cimentos em diversos ambientes de teste, mesmo assim, um protocolo eficiente e duradouro para cimentação de zirconia ainda não foi estabelecido (ÖZCAN, 2014; ÖZCAN e BERNASCONI, 2015). A vitrificação da superfície de Y-TZP, seguida por ataque com HF, é promissora (VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014). No entanto, alguns problemas devem ser mais bem estudados, como a influência do tempo de condicionamento com HF para desta forma tentar estabelecer um protocolo para cimentação de cerâmicas Y-TZP vitrificadas proporcionando maior longevidade clínica para os trabalhos restauradores com este tipo de cerâmica.

2 PROPOSIÇÃO

Avaliar a influência de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, sobre a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP vitrificada e um cimento resinoso.

3 REVISÃO DE LITERATURA

Testes de cisalhamento para avaliar a resistência de união de cimentos resinosos a cerâmicas já são realizados há algum tempo. Lüthy, Loeffel, e Hammerle (2006) verificaram a união da zircônia em grupos de 30 corpos de prova (Cercon) silicatizados com o sistema Rocatec e cimentados com algum cimento resinoso (Rely X Unicem, Superbond C&B e Panavia). Antes do teste, todos os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) durante 48 h e metade deles (n= 15) foram, adicionalmente, termociclados (10.000 ciclos). Com isso eles perceberam que a termociclagem afetou a resistência de união dos cimentos, exceto para Panavia e Rely X Unicem. E concluíram que a combinação de silicatização com cimentação adesiva foi eficaz para a cimentação dessa cerâmica.

Cavalcanti et al. (2009) avaliaram o efeito de diferentes *primers* metálicos e métodos de tratamento de superfície na resistência de união de dois cimentos resinosos (à base de MDP e de Bis-GMA) a uma cerâmica Y-TZP. Duzentos e quarenta blocos de Y-TZP foram divididos aleatoriamente em 24 grupos (n=10) de acordo com a combinação de tratamento de superfície (nenhum, jateamento com partículas de Al₂O₃ ou Er: YAG), de *primer* metálico (nenhum, Alloy Primer, Metal Primer II ou Metaltite) e cimento resinoso (Calibra (à base de Bis-GMA) ou Panavia F2.0 (à base de MDP)). O teste de micro-cisalhamento foi realizado com 1mm/min até a falha, e as superfícies de cerâmica foram examinadas após a descolagem. Forças de união foram analisadas através de ANOVA e Tukey com nível de significância de 5%. Mudanças na topografia após tratamentos de superfície foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os tratamentos de superfície modificaram significativamente a topografia da cerâmica. A abrasão resultou no aumento da resistência de união para ambos os cimentos. No entanto, o jateamento e o laser irradiado apresentaram maior resistência de união com o cimento à base de Bis-GMA do que com o cimento com MDP. Ambos os cimentos apresentaram comportamento semelhante em superfícies não tratadas. Os três *primers* metálicos produziram um aumento significativo na resistência de união, independentemente do tratamento de superfície e do cimento.

Ntala et al. (2010) objetivaram desenvolver e testar revestimentos de *glaze* polifásicos que podem ser aplicadas à superfície de restaurações de zircônia, de

modo que essa possa ser condicionada e unida efetivamente ao cimento. Cento e vinte e cinco exemplares de discos de zircônia (16mm de diâmetro 1mm de espessura) foram cortados. Todos os espécimes foram jateados utilizando óxido de alumínio. Quatro materiais de revestimento foram desenvolvidos com *glaze* pela mistura de hidroxiapatita (HA, P209S, Plasma Biotal Ltd., UK) e IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent). Os *glaze* utilizados foram Glaze P25 (Pemco Corp., Canadá) e IPS e.max Ceram Glaze (Ivoclar- Vivadent). Os espécimes de zircônia jateados foram divididos em cinco grupos (n=25), um dos quais foi utilizado como controle (grupo 1). Os materiais glazeados foram misturados com líquido de modelagem (IPS Classic, Ivoclar-Vivadent) e aplicados a amostra dos grupos 2 a 5. No grupo 2 espécimes foram sinterizadas em um forno de porcelana (Multimat MCII) a partir de 650°C, a uma taxa de 55°C/min a 806°C com tempo de permanência de 60s. Nos grupos de 3 a 5 amostras foram submetidas a um ciclo de diferente, 403°C a uma taxa de 60°C/min a 725°C com tempo de permanência de 60s. A espessura do revestimento do *glaze* foi verificada medindo os espécimes antes e após sua aplicação. No Grupo 2 os espécimes foram condicionados por 60s usando ácido fosfórico a 37% (Total Etch, Ivoclar-Vivadent) e nos grupos de 3 a 5 os espécimes foram condicionados por 120s usando ácido fluorídrico a 5% (IPS gel gravura cerâmica, Ivoclar-Vivadent). Após o condicionamento, as amostras foram enxaguadas em água durante 60s e, em seguida, secas. A camada de ligação de Monobond-S (Ivoclar-Vivadent) foi aplicada com um pincel em todas as superfícies das amostras, deixando-a por 60s, e, em seguida, secou com ar durante 15 segundos. Tygons (5mmx2mm) (R-3603, Norton Performance Plastics Corp., EUA) foram posicionada sobre a superfície amostra preparada. Cimento resinoso (Variolink II, Lotno: K00889, Ivoclar-Vivadent) foi utilizado para cimentação com incrementos de 1 mm. Os grupos foram testados usando o ensaio de resistência ao cisalhamento (SBS) a uma velocidade de 0,5mm/min. O *glaze* e as superfícies dos espécimes fraturados foram analisadas por microscopia eletrônica. A média (DP) SBS (MPa) dos grupos teste foram: Grupo 1: 7,7 (3,2); Grupo 2: 5,6 (1,7); Grupo 3: 11,0 (3,0); Grupo 4: 8,8 (2,6) e Grupo 5: 9.1 (2.6). O grupo 3 foi significativamente diferente do grupo de controle 1 ($p < 0,05$). Não houve diferença significativa nos valores médios de SBS entre o Grupo 1 e os Grupos 2, 4 e 5 ($p > 0,05$). Portanto concluíram que a aplicação de um material vitrocerâmico contendo

uma grande quantidade de dissilicato de lítio pode ser útil para melhorar a resistência de união de um substrato de zircônia a um cimento resinoso.

Attia (2011) avaliou a influência de diferentes tipos de tratamento de superfície, agentes cimentantes e termociclagem sobre a resistência à microtração (μ TBS) da zircônia. Os três grupos ($n=6$) analisados de acordo com os tratamentos de superfície foram: abrasão por jato de ar (AA), revestimento de sílica com sistema CoJet (SC), e revestimento de sílica, seguido por aplicação do silano ESPE Sil (SCSI). Cada grupo foi dividido em três subgrupos ($n=2$) de acordo com o agente cimentante utilizado. Sete amostras de cada subgrupo foram armazenadas num banho de água a 37 °C durante uma semana. Enquanto os outros sete espécimes foram armazenados em banho de água a 37 °C durante um mês, seguido de 7500 ciclos térmicos (TC). Os espécimes foram tensionados até a falha a uma velocidade de 1mm/min. Os valores de resistência adesiva a microtração foram registrados para cada espécime em MPa. As interfaces fraturadas dos espécimes descolados foram examinadas com um microscópio de luz para determinar o padrão de falha. Os espécimes representativos para cada padrão de falha foram examinados utilizando um microscópio de varredura. Dos agentes cimentantes utilizados, o Multilink Automix e o RelyX Unicem mostraram significativamente maior resistência a microtração que o cimento de ionômero de vidro ($p<0,001$). No entanto, não houve nenhuma diferença significativa entre os dois cimentos resinosos ($p=0,37$). Considerando a condição de envelhecimento, o armazenamento de água durante 30 dias e a termociclagem diminuíram a μ TBS comparado com uma semana de armazenamento em água ($p<0,05$). Após 30 dias de armazenamento em água ou termociclagem, o padrão de falha foi principalmente adesivo com restos de cimento ainda aderido a superfície da cerâmica. Através desses dados foi concluído que o revestimento de sílica somado a aplicação de silano melhorara significativamente a resistência à microtração em relação a abrasão ou apenas a silicatização.

Gotti et al. (2011) investigaram o efeito de *primers* na resistência de união entre cimentos resinosos e cerâmica à base de zircônia. Discos de zircônia (Cercon) foram confeccionados e, após serem lixados com carbetto de silício, foram jateados com partículas de Al_2O_3 de 50 μ m. Os discos de zircônia foram divididos aleatoriamente em quatro grupos ($n = 10$): (G1) ResiCem + Porcelain Primer, (G2)

ResiCem, (G3) Clearfil Esthetic + Clearfil Primer e (G4) Clearfil Esthetic. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24h. O teste de microcisalhamento foi realizado usando uma velocidade de 0,5mm/min. Um microscópio óptico foi usado para analisar os modos de falha e imagens ilustrativas foram capturados com um MEV. Os dados foram analisados por ANOVA ($p < 0,05$). Nenhuma diferença significativa foi encontrada entre os quatro grupos G1 ($17,4 \pm 6,8$), G2 ($17,1 \pm 5,5$), G3 ($15,6 \pm 5,5$) e G4 ($14,2 \pm 3,5$), os quais apresentaram 100% de falhas adesivas. E os *primers* cerâmicos se mostraram eficientes em aumentar a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica que contém zircônia.

Em 2011, Yener, Ozcan e Kazazoğlu realizaram um estudo com objetivo de avaliara resistência à flexão biaxial de três diferentes sistemas de zircônia após vitrificação: ZIRKONZAHN (Steger, Ahrntal, Itália), Cercon (DeguDentGmbH, Hanau, Alemanha) e Ceramill (Amann GirrbachGmbH, Koblach, Áustria). Dez anéis com 15mm de diâmetro interior e de 2mm de espessura foram usados para fazer os discos. Esses foram lixados até uma espessura de 1,4mm. Todos os sistemas foram divididos em dois grupos. Um dos grupos foi o controle, e o segundo grupo de cada sistema foi glazeado pelo sistema pó/líquido como recomendado pelos fabricantes. Os ensaios de flexão foram realizados numa máquina de ensaios universal (Instron, 3345, InstronCorp., Norwood, MA, EUA), a carga foi aplicada a uma velocidade constante de 1mm/min, até que ocorresse a fratura. A carga que conduziu à separação inicial das amostras foi obtida em Newton (N) e convertido em MPa. As médias de cada grupo foram analisadas por ANOVA, com o teste de resistência à flexão biaxial como variável dependente e os sistemas de zircônia e *glaze* como os fatores independentes. As comparações múltiplas foram feitas pelo teste de Tukey. Os valores médios de resistência à flexão para espécimes ZIRKONZAHN não glazeados ($1.388 + 132$ MPa) foram significativamente maiores do que os de Cercon não vitrificado ($1.104 + 124$ MPa) e Ceramill não vitrificado ($1.172 + 127$ MPa). O *glaze* diminuiu os resultados de resistência à flexão de forma significativa para todos os sistemas ($p < 0,05$) em relação à abrasão ou a silicatização.

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, a metade dos corpos de prova de cada grupo foi submetida à 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.

Cassoni et al. (2013) investigou os efeitos térmicos de lasers (Er, Cr: YSGG) na cerâmica Y-TZP. Essas foram distribuídas em três grupos (n=5) por meio de randomização: Y-TZP-G1 = controle (sem irradiação); Y-TZP-G2 = Y-TZP + Er,Cr:YSGG (proporção resfriamento ar-água 80%/25%); Y-TZP-G3 = Y-TZP + Er,Cr:YSGG (proporção resfriamento ar-água 80%/0%). Os gradientes de temperatura ΔT foram calculados (ΔT = Temperatura final - Temperatura inicial) para cada grupo. Uma amostra de cada grupo foi analisada por microscopia confocal de luz branca. O teste ANOVA mostrou diferenças significativas para o fator "laser" ($p < 0,001$). Os gradientes de temperatura (valores de ΔT) apresentaram os seguintes resultados: Y-TZP-G1 = 0 °C; Y-TZP-G2 = -1,4 °C e Y-TZP-G3 = 21,4 °C. O valor de ΔT (°C) do grupo sem refrigeração foi maior do que o grupo refrigerado. Os valores de rugosidade (R_a) variaram de 4,50 até -33,65 μ m. Com isso ficou demonstrado que a refrigeração com água para a irradiação do laser de Er,Cr:YSGG é essencial para evitar o aumento de temperatura da cerâmica Y-TZP.

Gargava e Ram (2013) questionaram qual efeito os métodos de condicionamento teriam na adesão a superfície da zirconia utilizando cimentos resinosos. Para esclarecer essa dúvida, fabricaram 15 blocos de zircônia (VITA Inceram Zirconia) com dimensões de 5x5x2mm, sinterizados de acordo com as orientações do fabricante. As amostras foram divididas aleatoriamente em três grupos (n=5): A (mantido como controle, sem condicionamento de superfície), B (tratado por abrasão de partículas com 30 μ m de dióxido de silício) e C (tratados por abrasão de partícula de 110 μ m de óxido de alumínio). A superfície de cada bloco

foi atacada com ácido fosfórico a 37%, lavada e seca. Um agente de ligação, em seguida, foi aplicado e fotoativado durante 10s. O silano (Porcelain bond activator, Kurray, Japão) foi aplicado a cada amostra e deixado secar por 5 minutos. Uma fina camada de agente de ligação foi aplicada sobre um agente de acoplamento de silano, sendo polimerizados durante 20s. Um cimento resinoso (Panavia F) foi manipulado de acordo com as instruções do fabricante e aplicado sobre o centro do bloco de zircônia. Todas as amostras foram, então, colocadas em uma máquina de ensaios universal (Instron machine-crosshead) com velocidade de 0,5N/min para avaliar a resistência ao cisalhamento. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente pelo teste ANOVA. O resultado de resistência de união do grupo “C” foi maior do que o grupo “A”, mas foi o grupo “B” que apresentou a maior resistência ao cisalhamento. Portanto, foi observado que superfícies condicionadas resultam em um aumento significativo da força ligação entre a zircônia e cimento resinoso.

Inokoshi et al. (2013) realizaram um trabalho com objetivo de avaliar, em laboratório, o efeito da silicatização associada a aplicação de *primers* e de cimentação adesiva a zircônia. A eficácia da adesão foi avaliada usando um teste de resistência à microtração e análise ultra-morfológica das superfícies fraturadas. Para isso blocos totalmente sinterizados de IPS e.max ZirCAD (Ivoclar - Vivadent) foram submetidos à silicatização (CoJet , 3M ESPE) ou não passaram por pré-tratamentos. Em seguida, as amostras de zircônia ou foram adicionalmente pré-tratadas usando *primers* (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray; ou Monobond Plus, Ivoclar-Vivadent), ou não sofreram qualquer outro tipo de pré-tratamento químico. Finalmente, dois blocos de zircônia idênticos foram unidos usando um cimento convencional com base de BisGMA (Cimento Clearfil Esthetic, Kuraray) ou um auto-adesivo dual baseado em MDP (Panavia F2.0, Kuraray). As amostras foram cortadas na interface para uma forma de ampulheta cilíndrica e armazenadas durante sete dias em água destilada (37°C), após isso elas foram expostas ao acaso (randomizadas) a um dos três protocolos de envelhecimento: (1) imersão na água a 37°C por 10 dias, (2) 10.000 ciclos de termicos (CT), ou (3) imersão em água 37°C durante 6 meses. Após o armazenamento, a resistência de união foi determinada em MPa (n=15-21/por grupo). A análise gráfica foi realizada utilizando escaniamento por microscopia eletrônica (SEM). A análise Weibull revelou que os

parâmetros mais elevados de foram para a combinação CoJet/Clearfil Ceramic Primer/Panavia que foram envelhecidas por apenas 10 dias. O jateamento pareceu indispensável para o cimento composto à base de MDP apresentar uma boa adesão. Enquanto, para o cimento composto baseado em BisGMA, a união foi similar utilizando a silicatização ou não. Porém, notou-se que o pré-tratamento combinado (mecânico e químico) da superfície da zircônia melhorou a durabilidade da adesão de ambos os cimentos testados.

Leite et al. (2013) realizaram uma pesquisa com objetivo de avaliar o impacto de diferentes tempos de condicionamento de superfície com ácido fluorídrico e da limpeza ultra-sônica na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática. Os seis grupos (n=6) testados foram: G1 – HF 10% (30s) mais silano; G2 – HF 10% (1min) mais silano; G3 – HF 10% (2min) mais silano; G4 – HF 10% (30s) mais banho ultrassônico e silano; G5 – HF 10% (1min) mais banho ultrassônico e silano; G6 – HF 10% (2min) mais banho ultrassônico e silano. Os blocos, cimentados em resina com RelyX ARC foram, seccionados em palitos para o teste de microtração. A aderência do cimento resinoso com a cerâmica feldspática testada apresentou resistência de união semelhante após 20s, 1min ou 2min de condicionamento com ácido fluorídrico. Independentemente da duração do ataque ácido, a limpeza ultra-sônica em água destilada durante 4 minutos melhorou significativamente a adesão do cimento resinoso a cerâmica feldspática, removendo os precipitados de forma eficaz. O que torna esse procedimento essencial após o condicionamento das cerâmicas ácido sensíveis.

Souza et al. (2013) avaliaram o efeito de diferentes métodos de abrasão a zircônia quanto a resistência flexural biaxial, as características de superfície da cerâmica e a transformação de fases antes e depois do tratamento térmico das amostras. Os blocos de LAVA (3M ESPE, EUA) foram seccionados para obtenção de 336 amostras randomizadas em 18 grupos (n= 20): Gr1: Controle (nenhum tratamento de superfície foi realizado); Gr2: 50 μ m Al₂O₃ (2.5 bar); Gr3: 50 μ m Al₂O₃ (3.5 bar); Gr4: 110 μ m Al₂O₃ (2.5 bar); Gr5: 110 μ m Al₂O₃ (3.5 bar); Gr6: 30 μ m SiO₂ (2.5 bar) (CoJet); Gr7: 30 μ m SiO₂(3.5 bar); Gr8: 110 μ m SiO₂ (2.5 bar) (Rocatec Plus); Gr9: 110 μ m SiO₂ (3.5 bar) (duração: 20s, distância: 10mm); e os respectivos grupos tratados termicamente (Gr10 a Gr18). O tipo de partícula jateada (p= 0,276),

a pressão aplicada ($p= 0,508$) e o tratamento térmico ($p= 0,161$) não influenciaram a resistência flexural. Exceto pelo protocolo aplicado no grupo Gr5, todos os outros geraram um aumento da resistência flexural nas duas condições (envelhecidos ou não). Uma maior rugosidade de superfície foi observada nos grupos os quais utilizaram $110\mu\text{m SiO}_2$. As transformações de fase ($t\rightarrow m$) foi observada em todos os grupos, principalmente nos tratados com SiO_2 e Al_2O_3 com partículas de $110\mu\text{m}$, porém após o tratamento térmico o exame de difração de raios-x revelou apenas a presença da fase tetragonal, indicando transformação de fase reversa ($m\rightarrow t$) nas amostras de todos os grupos, incluindo o controle.

Usumez et al. (2013) avaliaram o efeito de vários tratamentos, como Nd:YAG; jateamento com Al_2O_3 ; e aplicação de *glaze* seguida de ácido fluorídrico 9,5% na cimentação da zircônia, através de cisalhamento (SBS). Para esse fim, setenta e cinco placas de Y-TZP foram divididas aleatoriamente em cinco grupos ($n=15$) de acordo com os tratamentos de superfície (jateamento com Al_2O_3 ; irradiação a laser; vitrificação seguida de ácido fluorídrico; controle]. Um exemplar de cada grupo foi selecionado aleatoriamente, e os espécimes foram avaliados com difração de raios X e análise por MEV. O cimento resinoso utilizado foi o Clearfil Esthetic (Kuraray, Japão). A resistência ao cisalhamento de cada amostra foi medida utilizando uma máquina de ensaio universal com velocidade de 1mm/min. Forças de ligação foram analisados por ANOVA e Tukey. Os tratamentos de superfície modificaram de forma significativa a topografia da cerâmica. Os espécimes irradiados com laser resultaram em aumento da resistência de união do cimento resinoso e da rugosidade de superfície da cerâmica. Os maiores valores de rugosidade superficial e resistência de união foram alcançados com pulsos de curta duração.

Xie et al. (2013) pesquisaram a eficácia dos *primes* Z-Prime Plus e Metal/Zirconia Primer, e do condicionamento ácido na união entre cimento resino e uma cerâmica Y-TZP. Cento e quarenta e quatro blocos de Y-TZP ($12\times 8\times 2\text{mm}$) foram fresados. Esses blocos foram aleatoriamente designados para oito grupos ($n= 18$) de acordo com o método de condicionamento utilizado (C: grupo controle, no qual a superfície da cerâmica foi jateada com Al_2O_3 de $110\mu\text{m}$ (Jining Yunhe Emery Factory, Jining, China); CP: jateamento de alumina e condicionamento com

Clearfil Ceramic Primer; CoS: silanização com CoJet seguida utilização de Porcelain Primer; ZP: jateamento de alumina e condicionamento com Z-Prime Plus; MP: jateamento de alumina, e condicionado com Metal/Zirconia Primer; grupo dos Acid: blocos de Y-TZP foram mergulhados a 100°C numa solução de $H_2SO_4/(NH_4)_2SO_4$ e mantidos durante 30 min, depois foram lavados com água destilada e secos, tratados com o ácido e condicionados com Clearfil Ceramic Primer; AcidFN: levados a 100°C por 30min numa solução de HF/ HNO_3 , seguidos pelo condicionamento com Clearfil Ceramic Primer; e AcidSFN: levado a 100°C em $H_2SO_4/HF/HNO_3$ durante 30 minutos, seguido por Clearfil Ceramic Primer). Após esses tratamentos foi realizado o cisalhamento (SBS) e as propriedades físicas e químicas da superfície das zircônias condicionadas foram descritas através de MEV, espectrometria dispersiva de raios-X, técnicas de espectroscopia no infravermelho e microscopia de força atômica. A classificação da rugosidade superficial por ordem decrescente encontrada foi: ácido > silanização > jateamento. A combinação de silicatização e silanização apresentou a maior SBS inicial ($12,46 \pm 2,13$ MPa) ($p < 0,01$). O condicionamento com $H_2SO_4/(NH_4)_2SO_4$ ($13,15 \pm 3,24$ MPa) e HF/ HNO_3 ($13,48 \pm 2,15$ MPa) geraram uma união melhor ($p < 0,01$). Por fim os primers conseguiram melhorar a ligação da Y-TZP através de uma reacção química do MDP.

Amaral et al. (2014a) realizaram uma pesquisa com o objetivo de avaliar o efeito de diferentes *primers*, adesivos e tratamentos de superfície na resistência de união à zircônia após o envelhecimento térmico. Para tal, a cerâmica Y-TZP (Vita In-Ceram YZ for inLab, VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) foi fresada em formato de barras (225 unidades), limpas e sinterizadas para obter as dimensões finais de 3,0X3,0X9,3mm. Elas foram então, tratadas das seguintes formas: sem tratamento (C); abrasão com partículas de óxido de alumínio de 35 μ m (S); silicatização com partículas de 30 μ m de óxido de silício (Rocatec ou SilJet); ou glazeadas (G). Os grupos C e S foram subsequencialmente tratados com um dos seguintes *primers* ou adesivos: ZP (Z-primer-Plus), AZ (AZ Primer); MP (Monobond Plus); SU (Scotchbond Universal); ou EA (um adesivo experimental). Os grupos Rocatec e SilJet foram silanizados antes da cimentação. As amostras G foram ainda levadas ao forno para queima do *glaze*. As barras foram cimentadas com o cimento Multilink. A termociclagem foi realizada por 2.500 ciclos. Após esses

procedimentos foi testada a resistência tração de cada espécime. A análise estatística foi realizada com T-Student, para comparar o uso dos *primers*/adesivos versus o jateamento com partículas de Al_2O_3 . Os dados de resistência de união de todos os grupos testados foram analisados estatisticamente com ANOVA e teste de Tukey. Os resultados obtidos mostraram que as amostras do grupo C não sobreviveram a termociclagem, enquanto os grupos CMP, CSU e CEA sobreviveram a termociclagem, mas apresentaram baixos valores de resistência de união. Todos os *primers* apresentaram melhor desempenho de união após o jateamento com partículas de Al_2O_3 . O *glaze* promoveu valores de resistência de união intermediários. O modo de falha foi predominantemente adesivo sobre a superfície de zircônia. Com isso, foi possível concluir que os *primers* ou adesivos contendo MDP, associados à abrasão a ar parece ser uma excelente opção para a união a zircônia, bem como a deposição de sílica (via abrasão a ar), seguida de aplicação de silano. E que, apesar dos avanços no desenvolvimento de novos *primers*, apenas em sua associação com a abrasão com jato de Al_2O_3 eles promovem uma alta significativa nos valores de resistência de união. Porém os autores ainda afirmam que os novos adesivos universais parecem ser uma alternativa estável para as técnicas de união convencionais, mesmo sem pré-tratamento com abrasão.

Amaral et al. (2014b) também avaliaram a a força de retenção de coroas Y-TZP em função do substrato de cimentação (dentina ou resina) e do tratamento de superfície. Com essa finalidade, 72 molares extraídos foram preparados para coroas totais: 36 espécimes tinham preparos em dentina; os outros 36 dentes tiveram as coroas removidas e os preparos foram reconstruídos com resina com dimensões idênticas à dentina preparada. Os preparos foram moldados com silicona de adição e 72 coroas Y-TZP (VITA In-Ceram 2000 YZ CUBES, Alemanha) foram produzidas. A cimentação foi realizada com um cimento de presa dual contendo monômeros fosfato (MDP) (Panavia F, Kuraray Medical Inc, Okayama, Japão). Para a cimentação, o preparo (dentina ou resina) foi condicionado com um sistema adesivo e a cerâmica foi submetida a um dos três tratamentos de superfície: álcool isopropílico; silicatização (CoJet sand, 3M ESPE); ou aplicação camada fina de porcelana vítrea de baixa fusão (VITA AKZENT, VITA Zahnfabrik) seguida de silanização. Após 24 horas, todas as amostras foram submetidas a

ciclos térmicos (6000 ciclos) e colocado num dispositivo de teste de tensão para determinar a carga de ruptura. Os modos de falha de todas as amostras foram analisados por um estereoscópio. O teste ANOVA mostrou que o tratamento de superfície e o tipo de substrato afetaram os resultados. O substrato dentina apresentou os maiores valores de retenção, independentemente do tratamento de superfície. Quando o substrato foi resina, os grupos de *glaze* revestidos de sílica e do tratamento triboquímico apresentaram os valores mais elevados de retenção.

Moradabadi et al. (2014) realizaram um estudo com o objetivo de melhorar a resistência de união de um cimento com MDP (Panavia F) a zircônia usando um novo tratamento químico de superfície pela aplicação de uma fina camada contendo duas camadas de *glaze* diferentes na superfície zircônia. Em sua metodologia foram utilizados quarenta e nove blocos de ZIRKONZAHN pré-sinterizados. Sete grupos experimentais (n= 7) foram preparados: amostras de zircônia após jateamento com partículas de Al_2O_3 (abrasão a ar) (SZ); condicionamento com 45 vol% HNO_3 + 45% vol solução H_2O + 10% em volume de HF por 2 min (ZH); abrasão de partículas e ataque ácido simultâneo (HSZ); revestimento com uma camada de um glase de fluorapatita-leucita (IPS d.SIGN, Ivoclar, Vivadent, S2, Liechtenstein) (GZ); GZ com ácido adicional por 30s (HGZ); espécimes de zircônia revestidas com uma camada de *glaze* de sal (SGZ); e SGZ após condicionamento com 2% HCl por 20s (HSGZ). Em quatro destes grupos, as amostras foram tratadas por meio de processos químicos (GZ, HGZ, SGZ e HSGZ) e outros três grupos foram submetidos a tratamentos de superfície micromecânicos. A resistência ao cisalhamento foi testada com uma máquina universal de ensaios (Zwick/Roell Z020, Type BDO-FB020TN) a uma velocidade de 1mm/min. A análise estatística foi realizada pelo software estatístico SPSS, utilizando ANOVA e teste de Tukey. Após a fratura, os espécimes foram examinados com um microscópio óptico com ampliação de 40X para identificar o modo de falha na cerâmica ou na superfície do compósito. Além disso foi realizada a microscopia eletrônica de varredura (SEM) (SEM Máquinas, VEGA/TESCAN). Superfícies das amostras foram também analisadas por microscopia de força atômica (AFM), a fim de determinar a topografia da superfície e os seus efeitos sobre a resistência final. Como resultado foi obtido que os grupos SZ e HSZ apresentaram as maiores e os grupos GZ e SGZ apresentaram as menores médias de resistência ao cisalhamento

entre todos os grupos. As médias de resistência ao cisalhamento foram significativamente diminuídas pela aplicação de uma camada de *glaze* na superfície da zircônia nos grupos GZ e SGZ. No entanto, a resistência de união foi melhorada após o condicionamento com ácido. Abrasão resultou em maior resistência ao cisalhamento em relação ao tratamento com ácido. Já os modos de falha variaram entre os diferentes grupos. Com isso, foi possível demonstrar que a retenção micromecânica é o mecanismo dominante para a ligação da zircônia. Os autores também relataram que a vulnerabilidade na ligação entre zircônia e agentes cimentantes não é devido à adesão química inadequada, mas ao fato de que as cerâmicas densamente sinterizadas têm superfícies lisas duras, que levam a uma diminuição na molhabilidade, retenção micromecânica inadequada, e forças de ligação inferiores.

O laser de Er: YAG também foi sugerido como forma de tratamento da superfície interna de restaurações indiretas devido a geração de micro cavitações que favorecem o embricamento adesivo. Em 2014, Oliveira et al. avaliaram a superfície tratada com óxido de sílica e posterior irradiação com laser de Er: YAG ($\mu=2.940\text{nm}$). De acordo com essa pesquisa a aplicação do laser Er: YAG após silicatização é uma alternativa clínica eficaz para obter um maior embricamento dos óxidos de sílica e assim promover uma maior adesão das cerâmicas Y-TZP. Essas irradiações de 400mJ e 500mJ alcançaram uma maior impregnação na superfície da cerâmica e sem gerar danos.

Özcan (2014) afirma que a obtenção de uma superfície limpa e moderadamente áspera da zircônia cria melhor aderência ao cimento resinoso, evitando a formação de fase monoclinica, que é teoricamente prejudicial para as suas propriedades de fadiga, portanto, esse procedimento de abrasão requer delicada aplicação. Ela ainda sugere que, até que seja clinicamente comprovado que esse tratamento de superfície contribui para a degradação a longo prazo da zircônia, especialmente no caso de próteses fixas, os clínicos possam realizar a abrasão de partículas por aproximadamente 20 segundos a menos de 2,8 bar de pressão, e de preferência usando partículas como alumina ou sílica de 30-50 μm .

Sarmiento et al. (2014) avaliaram a influência dos protocolos de abrasão de partículas de óxido de alumínio ou de sílica sobre a rugosidade superficial da

zircônia e a adesão do cimento resinoso dual a esta cerâmica. Antes do tratamento de superfície, os blocos foram limpos por ultrassons em álcool isopropílico a 10% durante 5 min (Vitasonic II, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) e colocados em gaze durante 10 min para assegurar a completa evaporação do álcool. Os espécimes foram divididos aleatoriamente nos seguintes grupos experimentais, considerando o tipo e a pressão de partícula: grupo controle (sem tratamento); grupo Al₂.5 (Polidental Ltd., São Paulo, Brasil) a 2,5 bar de pressão; grupo Si₂.5 (110µm óxido de alumínio revestido com sílica (Rocatec, 3M ESPE) a 2,5 bar de pressão; grupos Al₃.5 e Si₃.5, nesses últimos a ar-abrasão foi empregada com 3,5 bar de pressão. Um agente de acoplamento de silano (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray, Japão) foi aplicada às superfícies de zircônia e reagiu durante 5 minutos. Em seguida, o cimento (Panavia F 2.0, Kuraray) foi aplicado com o auxílio de um molde de silicone (diâmetro de 3,5mm e altura de 3mm). O cisalhamento foi realizado em uma máquina de teste universal de acordo com a ISO 10477:2004. Os tipos de falhas foram analisados usando um microscópio estereoscópico (Stemi 2000-C, CarlZeiss, Göttingen, Alemanha), 100x ampliações. Os tipos de partículas ($p= 0,0001$) e as diferentes pressões ($p=0,0001$) afetaram significativamente a rugosidade. Todos os protocolos aumentaram significativamente a rugosidade (Al₂.5: $0,45\pm 0,02$; Si₂.5: $0,39\pm 0,01$; Al₃.5: $0,80\pm 0,01$; Si₃.5: $0,64\pm 0,01$ mm) em relação ao grupo controle ($0,16\pm 0,01$ mm). Para a resistência de união, o único fator que afetou significativamente os resultados foi o tipo de partícula utilizado no tratamento de superfície ($p= 0,015$). Os grupos de SiO₂ apresentaram resultados significativamente mais elevados para a união do que SBSAl₂O₃ (Al₂.5: $4,78\pm 1,86$; Si₂.5: $7,17\pm 2,62$; Al₃.5: $4,97\pm 3,74$; Si₃.5: $9,14\pm 4,09$ MPa) e o grupo controle ($3,67\pm 3,0$ MPa). A análise de microscopia mostrou que os danos gerados na zirconia sob a forma de ranhuras pelo Al₂O₃, diferem dos observados com os grupos de SiO₂. A partir deste estudo conclui-se que o jateamento com 110µm de alumina ou 110µm partículas de alumina revestidas com sílica aumenta a rugosidade superficial e resistência ao cisalhamento da zircônia cimentada com cimento resinoso contendo MDP em comparação com o grupo controle. Também foi observado que a utilização de partículas de alumina revestidas com sílica revelou menos danos sobre zircônia e mostrou um aumento da resistência de união. Já o aumento da pressão de jateamento aumentou os valores de rugosidade

superficial, mas não afetou a resistência do cimento resinoso de zircônia. Por fim nota-se que após de 6.000 ciclos térmicos, solturas espontâneas em todos os grupos indicam que a adesão a zircônia é propensa ao envelhecimento.

Vanderlei, Bottino e Valandro (2014) propuseram uma "nova técnica" de vitrificação para cerâmica Y-TZP e comparou esse método com os rotineiramente usados. A adaptação marginal de coping feito com essa cerâmica sob diferentes condicionamentos também foi avaliada para verificar se esta técnica é clinicamente viável. As amostras foram aleatoriamente divididas em seis grupos de acordo com os tratamentos de superfície (n= 24): 1) Grupo de controle (CTRL): sem tratamento de superfície; 2) SIL: silicatização (Cojet, 3M ESPE, EUA); 3) V1+HF: Glaze spray (Glaze Spray VITA Akzent, VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) aplicado duas vezes e sinterizados de acordo com as orientações do fabricante, posteriormente, a superfície vidrada foi tratada com HF 9% (Ultradent Porcelain Etch, South Jordan, Ultradent) durante um minuto, lavado com ar-água e seca, finalmente, as amostras foram limpas em um banho sônico (cinco minutos em H₂O destilada); 4) V1+SIL: superfície de Y-TZP vitrificada como descrito para o grupo V1+HF (Glaze Spray VITA Akzent, VITA Zahnfabrik), em seguida, a superfície foi condicionada com um método de revestimento de sílica triboquímica; 5) V2+HF: de acordo com as instruções do fabricante, o *glaze* líquido foi preparado e aplicado uma vez sobre a superfície usando um pincel, seguido queima do *glaze* e aplicação de HF 9% durante um minuto; 6) V2+SIL: A superfície vitrificada foi tratada como descrito para o grupo V2+HF (Glaze VITA Akzent, VITA Zahnfabrik) e silicatizada. As amostras foram, então, incluídas em resina acrílica quimicamente ativada para o teste de resistência ao cisalhamento, mantendo a superfície para adesão exposta. Logo depois o cimento foi manipulado (Panavia F 2.0, Kuraray Medical Inc, Okayama, Japão) e aplicado. Metade das amostras de cada grupo foram testadas 24 horas após a cimentação (estado seco) e a outra metade foi sujeita a armazenamento (150 dias em água destilada) e ciclagem térmica (12.000 ciclos); em seguida, foi realizado o teste de resistência ao cisalhamento. Todas as amostras que foram submetidas foram observadas usando um microscópio estereoscópico (Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Alemanha) para observar o padrão de fracasso. As amostras com fraturas representativas foram escolhidas para análise microscópica (MEV; JEOL JSM-6360, Tóquio, Japão) em diferentes

ampliações. Um perfilometro (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi utilizado para análise de dados de rugosidade Ra. Constituintes das superfícies cerâmicas de cada grupo foram determinados utilizando espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS; JEOL JSM-6360), que foi realizada em duas zonas por amostra em cada grupo. A análise da discrepância marginal (distância vertical entre um ponto da margem da coroa para um ponto na margem do preparo) foi avaliada, então, um microscópio óptico (Mitutoyo IM, 176-581A). Dados de resistência de união e de condições de envelhecimento foram separadamente submetidos a uma análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Além disso, os grupos foram comparados 2 a 2 para elucidar o efeito isolado de armazenamento para cada tratamento de superfície, utilizando o teste t de Student ($p < 0,05$). Para comparar as seis condições experimentais sobre o resultado "discrepância marginal" os dados foram submetidos a testes de comparação múltipla de Dunn (5%) e Kruskal-Wallis. A análise estatística revelou que os grupos tratados através da aplicação de *glaze* seguido por ataque ácido fluorídrico e silanização apresentou a maior resistência de união, mas as forças de ligação foram afetadas pelo envelhecimento. As maiores desadaptações marginais foram observadas nos grupos que receberam *glaze* ($117,4 \pm 29,6$ a $105,8 \pm 12,2 \mu\text{m}$), quando comparado aos outros grupos ($55,3 \pm 8,7$ e $55 \pm 8,5 \mu\text{m}$). Portanto coinciu que a aplicação do *glaze* na superfície da cerâmica Y-TZP seguido por ataque de ácido fluorídrico e silanização, melhorou significativamente a ligação entre Y-TZP e o cimento resinoso. Além disso, o armazenamento/termociclagem afetaram os resultados de resistência de união, demonstrando instabilidade de união com a zircônia. E por fim, a aplicação do *glaze* aumentou as discrepâncias marginais quando comparado com os resultados associados a outros tratamentos.

Com o objetivo de investigar a influência do tratamento de coroas Y-TZP revestidas com cerâmica feldspática e avaliar os efeitos de diferentes sistemas de cimentação na resistência à fadiga dessas restaurações, Anami et al. (2015) realizaram uma pesquisa e notaram que o teste de fadiga produziu um padrão de falhas de que é muito semelhante à observada em ensaios clínicos com coroas de cerâmica Y-TZP revestidas por porcelana feldspáticos. Coroas cimentadas com cimento resinoso adesivo exibiram lascas com uma carga significativamente maior que cimentos de ionômero de vidro ou fosfato de zinco. E quando o cimento

resinoso adesivo foi utilizado após jateamento ou vitrificação da superfície interna do coping a carga de fadiga suportada diminuiu em comparação com as amostras que foram apenas limpas com álcool. Para esses autores, esse cimento não é indicado quando a superfície interna do coping de Y-TZP é jateada ou vitrificada.

Bottino et al. (2015) avaliaram a resistência de união entre cimento resinoso e uma cerâmica feldspática reforçada com leucita submetidas a diferentes protocolos de tratamento de superfície, um agente neutralizante e condições de envelhecimento. Os protocolos aplicados foram NE: nenhum tratamento (controle); 9HF: HF 9%, seguido de lavagem e secagem; 4HF: HF 4%, seguido de lavagem e secagem; 5HF: HF 5%, seguido de lavagem e secagem; e HF+N: HF 5%, seguido de neutralização, lavagem e secagem. As superfícies cerâmicas foram tratadas com um agente de silano. Em seguida, blocos de cimento resinoso foram construídos sobre a superfície cerâmica preparada e armazenados durante 24 horas em água destilada a 37°C. Os espécimes foram seccionados para obter palitos de microtração, que foram aleatoriamente distribuídos para as seguintes condições: sem envelhecimento (teste imediato) e envelhecidos (armazenamento em água por 150 dias ou 12.000 ciclos térmicos), antes do ensaio de microtração. Dados de resistência de união foram submetidos à análise de uma via de variância e teste de Tukey. Amostras cerâmicas adicionais foram submetidas aos diferentes protocolos de tratamento e avaliadas usando um microscópio eletrônico de varredura e microscopia de força atômica. Os resultados demonstraram que o processo de neutralização não melhorou a resistência de união ou a estabilidade entre cimento resinoso. Mas confirmou que o condicionamento ácido é indispensável para melhorar a adesão a resina.

O desafio na promoção de uma união forte e confiável entre a superfície da zircônia e os agentes resinosos encontra-se na obtenção de uma superfície livre de contaminantes que normalmente estão presentes no ambiente bucal. Visto isso, Feitosa et al. (2015) investigaram a influência de métodos de limpeza da superfície da zircônia após a contaminação dessa cerâmica com a saliva, além de observar a implicação do envelhecimento (termociclagem e armazenamento de água) na resistência ao cisalhamento dessa cerâmica com um cimento resinoso. Cento e oitenta espécimes de zircônia foram jateados com de óxido de alumínio de 50µm,

imersos em saliva durante um minuto [com a exceção do grupo de controle, (C)], e divididos em grupos de acordo com o método de limpeza: lavagem com água (W); ácido fosfórico a 37% (PA); limpeza com pasta contendo óxido de zircônio (IC); ou isopropanol de 70% (AL). A microscopia eletrônica de varredura foi realizada para avaliar qualitativamente a superfície da zircônia após cada método de limpeza. A resistência de união, através do teste de cisalhamento foi avaliada após de 24 horas de cimentação, 5.000 ciclos térmicos (TC), ou 150 dias de armazenamento em água. A análise estatística foi realizada utilizando ANOVA e teste de Tukey (p , 0,05). Os dados mostraram um efeito significativo dos testes de envelhecimento na resistência de união, assim como o método de limpeza de superfície. A análise de falha revelou uma maior porcentagem de falhas mistas para a maioria das amostras. Portanto, foi mostrado que um protocolo de limpeza para cerâmica a base de zircônia deve ser considerado após exposição à saliva. A pasta de limpeza à base de óxido de zircônio aplicada na superfície da zircônia contaminada foi o método mais eficaz, sendo comparável com o grupo de controle.

Kim et al. (2015) investigaram o desempenho de agentes de união universais em vitrocerâmicas reforçadas com leucita (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), medindo seus μ SBS antes e após a termociclagem. Dentre os materiais utilizados apresentam-se o Single Bond Universal (3M ESPE, EUA) e o cimento resinoso dual RelyX Ultimate (3M ESPE). Porém, embora a resistência de união entre o cimento e a cerâmica vítrea jateada foi melhorada quando utilizados o adesivo universal, a superfície condicionada de maneira convencional, utilizando um silano e adesivo separadamente, foi preferível ao procedimento simplificado que utilizou o adesivo universal para cimentação dessa cerâmica reforçada.

Martins et al. (2015) avaliaram se a resistência de união entre ZrO_2 e cimento resinoso aumentava com a vitrificação da superfície, utilizando duas técnicas de aplicação diferentes, e se o modo de falha pode ser influenciado pela quantidade de vidro sobre a superfície cerâmica. Trinta e cinco discos de zircônia (Cercon, DeguDent GmbH, Hanau, Alemanha) foram em cortados com 20x2mm e polidos com carboneto de silício de granulação #600 e #1200 (Norton SA, São Paulo, Brasil). Os discos foram distribuídos aleatoriamente em cinco grupos ($n= 7$):

controle (CO), nenhum tratamento; G1, silicatização com partículas de 100 μ m + *glaze* + silano; G2, um gel contendo 15% (em peso) de pérolas de vidro aplicadas à superfície cerâmica + *glaze* + silano; G3, um gel contendo 25% (em peso) de pérolas de vidro aplicadas à superfície cerâmica + *glaze* + silano; e G4, um gel contendo 50% (em peso) esferas de vidro aplicada sobre a superfície cerâmica + *glaze* + silano. Os espécimes foram cimentados usando RelyX ARC® (3M ESPE, EUA). O teste μ sb foi realizado usando uma máquina de ensaio a uma velocidade de 0,5mm/min. Análise de variância e teste de Tukey ($p < 0,05$) foram aplicadas aos valores de resistência de união (em MPa). CO ($15,6 \pm 4,1$) apresentou o menor valor ao μ sb. Não houve diferença estatística entre o G1 ($24,9 \pm 7,4$), G2 ($24,9 \pm 2,3$), G3 ($35,0 \pm 10,3$) e G4 ($35,3 \pm 6,0$). Foi possível concluir que a presença de partículas de vidro sobre a superfície da cerâmica, associada com acoplamento de silano, melhorou a união entre o cimento resinoso e o disco zircônia.

Melo et al. (2015) revisou a literatura para buscar a resposta de qual tratamento de superfície promove, a longo prazo a longo, uma melhor adesão a zircônia Y-TZP. Foram estudados os desde os tratamentos mais tradicionais (abração com óxido de alumínio) até os mais recentes, como a vitrificação, para que os Cirurgiões-Dentistas possam discernir o que pode proporcionar restaurações de zircônia mais duráveis. Foi sugerido que a abrasão a ar com partículas de Al₂O₃, de 110 μ m, e a altas pressões deve ser evitada, e um componente químico eficaz deve ser usado. Além de apontar que a vitrificação é promissora e simples de executar, mesmo que novas melhorias devam ainda ocorrer para prevenir o desajuste coroa.

Ozcan e Bernasconi (2015) realizaram uma revisão sistemática para analisar o potencial do cimento de ionômero de vidro e do resinoso na a adesão em zircônia e destacaram os possíveis fatores dominantes que afetam os resultados de resistência de união a este substrato. Artigos científicos originais sobre adesão a zircônia, publicados na base de dados MEDLINE (PubMed) entre 01/01/1995 e 01/06/2011, foram incluídos. Os descritores utilizados para a pesquisa na literatura foram: "adesão dentária", "zircônio", "zirconia", "Y-TZP", "cerâmica Y-TZP", "ensaios de materiais/métodos", "testes", "cimento", e "união adesiva". Dois revisores realizaram uma triagem e a obtenção de dados. As estatísticas descritivas

foram realizadas e as frequências dos parâmetros estudados, as médias, o desvios-padrões, os intervalos de confiança (IC 95%; não corrigidas e corrigidas), os valores medianos e os intervalos interquartis (IQR) foram calculados para os dados de resistência de união relatados para diferentes fatores: métodos de condicionamento de superfície (controle, físico-químico, físico, químico), cimentos (bis-GMA, MDP, e 4-META autoadesivos, além dos CIV), o envelhecimento com e sem termociclagem (TC) e métodos de ensaio (macrocisalhamento, microcisalhamento, macrotração e microtração). Dos 177 títulos encontrados, 52 foram considerados apropriados e incluídos no estudo. No total, 169 métodos diferentes de condicionamento de superfície, principalmente combinações de protocolos de ar-abrasão e promotores de adesão (*primers* ou silanos) foram investigados. Ao todo, foi relatado o uso de cinco tipos de cimentos. Enquanto 26 estudos foram realizados sem termociclagem para o envelhecimento, 26 delas realizaram-na com diferentes números de ciclos. Esta avaliação realça que a adesão do cimento é significativamente influenciada pelo método de tratamento da superfície ($p = 0,044$), tipo de cimento ($p = 0,018$), método de teste ($P = 0,017$) e a condição de envelhecimento ($p = 0,003$). Nos grupos controle (não condicionados) sem termociclagem, os valores médios de resistência de união variou entre 1,15 (IQR= 3,54), e 8,93 (IQR= 9), e 6,9 (IQR= 0) e 8,73 (IQR= 13,93) MPa para testes macrocisalhamento e macrotração, respectivamente. Os cimentos com monômero MDP apresentaram os maiores valores de união em relação aos de outros cimentos de resina usando o teste de macrotração (sem TC: 34,2; IQR= 24,18 MPa, TC: 42,35; IQR= 0 MPa) ou microtração (sem TC: 37,2; IQR= 41,5 MPa, TC: 17,1; IQR= 31,15 MPa). Portanto, o aumento da adesão pode ser esperado após o condicionamento físico-químico. Cimentos resinosos à base de MDP tendem a apresentar resultados mais elevados do que os de outros tipos de cimentos, quando testado através de testes macro e microtração. Ainda de acordo com os autores, estudos de adesão em zircônia exigem mais padronização de dados.

Pereira et al. (2015) realizaram um estudo para avaliar se os *primers* universais ou silanos, por si só, poderiam oferecer uma boa união da zircônia ao cimento resinoso semelhante à sua aplicação em conjunto com o jateamento. Blocos de zircônia ($n = 160$) com as dimensões de 5,25x5,25x3mm (Lava, 3M ESPE, USA), foram cortados, lixados com carboneto de silício # 600 a # 800 (3M; St Paul, MN,

EUA) e sinterizado (Lava Furnace 200, 3M ESPE) de acordo com as recomendações do fabricante. Os blocos então foram incluídos em resina acrílica (Classic; São Paulo, Brasil), mais uma vez lixados com carboneto de silício, dessa vez com granulação de #600 a #2000 e polido com pasta de polimento (Diamond Excel, FGM Dental Products; Joinville, SC, Brasil). Depois as amostras foram limpas em álcool isopropílico por 5 min (Limpador ultrassônico, Cristófoli; Campo Mourão, Paraná, Brasil). Os blocos foram alocados aleatoriamente em 16 grupos experimentais de acordo com os fatores: "*primer* universal/silano" (8 grupos): (1) ctr: controle, sem aplicação de um *primer* universal; (2) AP: Alloy Primer; (3) MP: Monobond Plus; (4) MZP: Metal Zirconia Primer; (5) MZ: MZ Primer; (6) Sg: Signum Zirconia Bond; (7) SBU: Single Bond Universal; (8) ZP: Zprime Plus. E, os mesmos grupos, porém jateados com Al_2O_3 (110mm, 2.5 bar, 20s a 10mm), criando os grupos seguintes: Ctr-A, PA-A, MP-A, MZP-A, MZ-A, Sg-A, SBU-A, e ZP-A. Após nova limpeza ultra-sônica, *primers*/silanos universais foram aplicados de acordo com a recomendação de cada fabricante. O cimento resinoso (RelyX ARC, 3M ESPE) foi utilizado na cimentação, cada camada de cimento foi fotopolimerizada por 40s, a uma intensidade de luz de 600mW/cm². Todas as amostras foram armazenadas em água destilada durante 60 dias a 37°C e então submetidas ao cisalhamento (SBS), numa máquina de ensaios universal (1mm/min) (Autograph AG-X 10kN, Shimadzu, Kyoto, Japão). Após a quebra, os tipos de falhas foram analisados por um estereoscópio com 100X de ampliação (Stemi 2000-C, Carl Zeiss, Jena, Alemanha). Tipos de falhas foram classificadas da seguinte forma: PTF: falhas pré-teste durante o envelhecimento; AD: falha adesiva; CALD: falha coesiva na cerâmica; Cres: falha de coesão do cimento resinoso e MIX: falha mista (falha adesiva junto com falha de coesão no cimento). As médias de cada grupo foram analisadas por ANOVA em dois conjuntos de grupos (com e sem abrasão a ar), com resistência ao cisalhamento como variável dependente e *primers* universais como os fatores independentes. As comparações múltiplas foram feitas pelo teste de Tukey e de Student. Quando *primers* universais foram utilizados sozinhos, o SBU apresentou média de resistência de união significativamente maior ($19,5 \pm 5,8$) do que os outros *primers* (de 0 a $9,9 \pm 6,6$) ($p=0,001$). Quando jateados, os grupos AP-A ($14,1 \pm 6,1$), MP-A ($15,9 \pm 5,4$), ZP-A ($16,9 \pm 7,3$), SG-A ($19,1 \pm 2,1$), SBU-A ($12 \pm 1,5$) mostraram diferenças significativas ($p=0,03$). O desempenho de

adesão de todos os *primers* universais foi reforçado após abrasão a ar, com exceção do SBU e MZ. Além disso, observou-se que o tipo de falha mais comum foi à adesiva em todos os grupos.

Rippe et al. (2015) compararam, através de testes de tração, diferentes tratamentos de superfície para cerâmica Y-TZP e diferentes tipos de cimentos indicados para sua cimentação (resinoso dual, auto-adesivo, de ionômero de vidro, e fosfato de zinco). Cento e oito molares recém-extraídos foram incluídos em resina acrílica e para realização de preparo para coroa total. Os preparos foram moldados com silicona e coroas de Y-TZP foram confeccionadas para realização do ensaio de tração. A cimentação foi realizada com dois cimentos resinosos convencionais (Multilink Automix, Ivoclar-Vivadent; RelyX ARC, 3M ESPE, St Paul, MN, EUA), um resinoso auto-adesivo (RelyX U100, 3M ESPE), um à base de cimento um ionômero de vidro (RelyX Luting, 3M ESPE) ou um cimento de fosfato de zinco (Cimento de Zinco, SS White, Rio de Janeiro, Brasil). Para os grupos de cimentação adesiva, as superfícies interiores das coroas foram submetidas a três tratamentos de superfície: a limpeza com álcool isopropílico, silicatização ou vitrificação. Após 24 horas, todos os grupos foram submetidos a ciclos térmicos (6000 ciclos) e as amostras incluídas em um dispositivo especial de ensaios de tração numa máquina universal de ensaios para testar a retenção da infraestrutura. Após o teste, os modos de falha de todas as amostras foram analisadas sob microscópio estereoscópico. O teste de Kruskal-Wallis mostrou que o tratamento de superfície e do tipo de cimento ($\alpha = 0,05$) afetou os resultados de retenção de tração. O cimento Multilink apresentou os maiores valores de retenção de tração, mas esse resultado não foi estatisticamente diferente de RelyX ARC. O tratamento de superfície foi estatisticamente relevante apenas para o cimento Multilink. O tipo de cimento resinoso (BIS-GMA ou HEMA) não afetou os valores de retenção da coroa. O condicionamento da superfície de zircônia após a vitrificação e silanização foi capaz de melhorar a força de retenção para o cimento à base de HEMA. Para as superfícies não tratadas o cimento resinoso dual apresentou valores significativamente mais elevados de retenção quando comparado com os obtidos para o cimento auto-adesivo, ionômero de vidro, e cimentos de fosfato de zinco.

Tanis, Akay e Karaki (2015) objetivaram avaliar os efeitos de diferentes combinações de pré-tratamento mecânico e químico comum cimento resinoso convencional na resistência ao cisalhamento de cerâmicas de zircônia. Trinta e cinco espécimes de zircônia foram tratados da seguinte forma: Grupo I: controle; Grupo II: jateamento; Grupo III: jateamento + MonobondS; Grupo IV: jateamento + Monobond Plus; Grupo V: jateamento + Z-Prime Plus. Os espécimes de cada grupo foram cimentados como Variolink II. Depois da cimentação, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24h e foi realizado o teste de cisalhamento. Os valores de resistência ao cisalhamento mais elevado foram observados nos grupos IV e V. Os menores valores de resistência ao cisalhamento foram observados no Grupo I. Os resultados obtidos sugerem que o uso de adesivo contendo monômeros fosfatados associado ao jateamento é eficaz para alcançar uma boa cimentação resinosa à zircônia.

Ainda existe questionamento sobre a confiabilidade da adesão em zircônia realizada utilizando apenas *primers* e/ou cimentos com MDP. O que instigou Alves et al. (2016) a avaliarem o efeito de diferentes estratégias de cimentação adesiva que empregam diferentes métodos de condicionamento da superfície com base no jateamento da superfície ou na utilização de somente um *primer* universal em conjunto com um cimento resinoso convencional ou auto-adesivo na adesão a essa cerâmica. Oclusais de molares humanos (n = 80) foram seccionadas, expondo a dentina. Os dentes e cilindros de zircônia (N = 80) (diâmetro= 3,4mm; espessura= 4mm) foram aleatoriamente divididos em oito grupos de acordo com o condicionamento de superfície e o tipo de cimento (n = 10 por grupo). Um cimento resinoso convencional (CC: RelyX ARC, 3M ESPE) e um auto-adesivo (SA: RelyX U200, 3M ESPE) e seus respectivos sistemas adesivos (CC, Adper Single Bond Plus; para SA, Scotchbond Universal Adhesive-SU) foram aplicados em dentina. Os espécimes de zircônia foram condicionados ou usando silicatização de consultório (CJ: CoJet), ou de laboratório (RC: Rocatec), ou adesivo universal (Single Bond Universal). Os grupos controle para ambos os cimentos não foram condicionados (C). As amostras foram armazenadas em água (37,8°C, 30 dias) e submetidas ao ensaio de resistência ao cisalhamento (SBS) (1 mm / min). Os dados (MPa) foram analisados por meio de análise de duas vias de variância e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Tipos de falhas foram predominantemente adesiva. Ambos, os

protocolos de silicatização e o uso de adesivo universal, melhorou a resistência de união de zircônia à dentina com cimentos convencionais e auto-adesivos, em comparação com grupos de controle ($p = 0,0001$) (C, V = CJ = UP). Já os cimentos auto-adesivos e convencionais apresentaram resistência de união média semelhante ($p = 0,148$).

Recentemente, partículas de sílica prontamente silanizadas começaram a ser estudadas. Com essa metodologia elimina-se o processo de silanização, reduzindo uma etapa clínica. Frente a isso, Özcan e Yetkiner (2016) compararam o efeito da deposição de diferentes partículas na molhabilidade da superfície e na adesão ao cimento resinoso a zircônia (Emax ZirCAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) após envelhecimento. Os espécimes foram distribuídos aleatoriamente a um dos seguintes grupos ($n = 36$, $n = 9$ por grupo): CON: Sem condicionamento de superfície; AL: jateamento com jato de Al_2O_3 de $50\mu m$ (Korox, Bego, Bremen, Alemanha) (Dento-Prep, RØNVIG, Daugaard, Dinamarca); SIL: neste grupo, em vez de partículas de alumina comuns, partículas de alumina de $30\mu m$ revestidas com sílica foram usadas (SilJet, Danville Engineering, San Ramon, CA); SILP: neste grupo, partículas de alumina de $30\mu m$ revestidas com sílica $30\mu m$ e pré-silanizadas foram usadas (SilJet Além disso, Danville Engenharia). O cimento adesivo utilizado (Variolink II, Ivoclar) foi aplicado usando moldes de polietileno, foto-polimerizado e envelhecido (termociclagem, 6.000 ciclos, 5-55°C). O teste de cisalhamento foi realizado (1 mm/min) e os dados (MPa) foram analisados (ANOVA e Tukey ($\alpha = 0,05$)). A resistência de união (MPa) com SIL ($17,2 \pm 4$) e SILP ($17,3 \pm 1,9$) não demonstrou nenhuma diferença significativa ($p > 0,05$), sendo maior do que AL ($8,4 \pm 1,5$) e CON ($p < 0,05$). Os tipos de falhas foram exclusivamente adesiva em todos os grupos. Portanto, de acordo com esse trabalho a silicatização pode também ser realizada com partículas pré-silanizadas.

4 METODOLOGIA

4.1. Material utilizado:

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

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

Marca Comercial	Tipo do Material	Fabricante	Lote
Cerâmica IPS e.max® ZirCAD	Cerâmica Y-TZP	Ivoclar-Vivadent/ Schaan, Liechtenstein	M24091
Rocatec® Soft	Óxido de Sílica	3M ESPE, St. Paul, Minnesota, EUA	424975
VITA Akzent® Plus	Glaze Spray	Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha	A0764
Single Bond Universal	Adesivo Universal	3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil	1511900505
RelyX Ultimate	Cimento resinoso	3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil	1509800356
Condac Porcelana	Ácido Fluorídrico a 10%	FGM, Pinheiros, SP, Brasil	250215
JET	Resina Acrílica Autopolimerizável	Clássico, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil	260515

4.2. Secção das amostras:

Oito blocos de cerâmica Y-TZP (IPS e.max[®] ZirCAD - Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram cortados com dimensão padrão de 15x15x2mm (largura, comprimento e espessura respectivamente) com um disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) em cortadeira de precisão (IsoMet[®] 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA) para obtenção de 40 amostras. Os dois lados das amostras foram regularizados com lixas d'água de granulação #180, #600(Norton Saint- Gobain, São Paulo, Brasil) e receberam acabamento com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil) (Figura 1). Ainda previamente à sinterização, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) em álcool isopropílico manipulado ((Farmácia de Homeopatia e Manipulação, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil) durante oito minutos.



Figura 1. Espessura de uma amostra cerâmica após regularização.

A sinterização foi realizada em um forno Zyrcomat T (Vita, Zahnfabrick, Alemanha) até a temperatura de 1530°C (Figura 2). Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento o processo durou oito horas para cada ciclo. As dimensões finais obtidas foram de 12mmx12mmx1,5mm.



Figura 2. Amostras posicionada no forno antes da sinterização.

4.3. Distribuição da amostra:

Os blocos cerâmicos foram, então, aleatoriamente distribuídos em quatro grupos (n=10), sendo um o grupo controle no qual foi realizada a silicatização (RS) e três grupos teste vitrificados com *glaze spray* na superfície destinada a adesão e condicionados com HF por 20s (GS20s), 60s (GS60s) ou 100s (GS100s) (Figura 3).

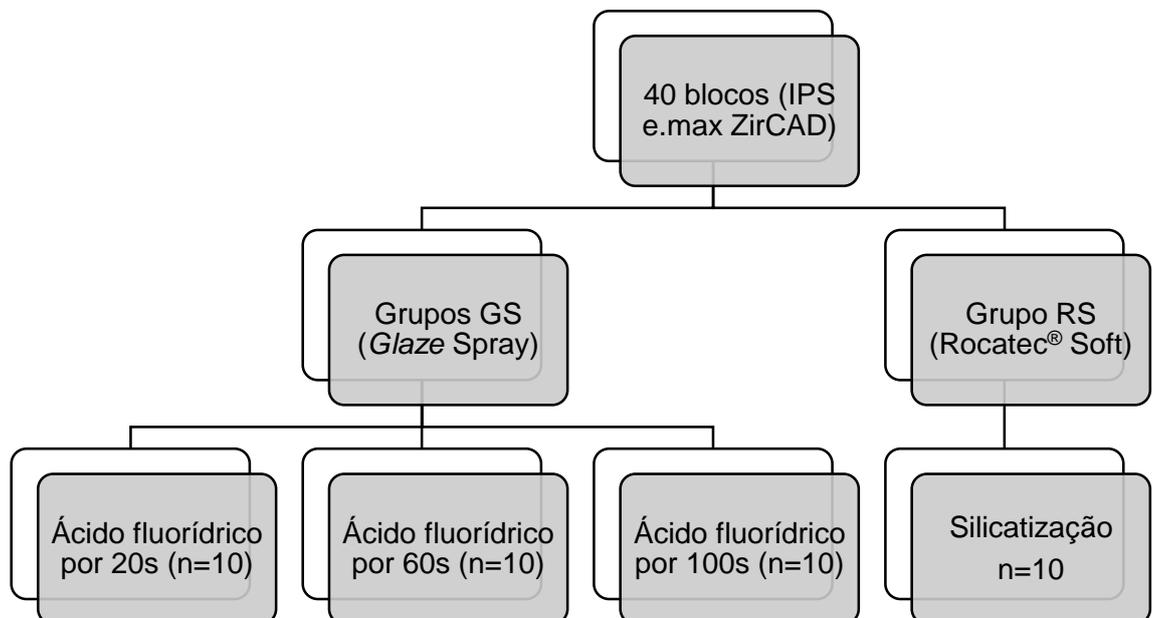


Figura 3. Delineamento dos grupos do estudo.

Os blocos do grupo RS (Rocatec® Soft) foram incluídos separadamente em resina acrílica incolor autopolimerizável (Jet, Clássico, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil) por meio de um cilindro de PVC (5cm de altura e 2,2cm de diâmetro) para padronização das amostras. Os cilindros foram colocados sob uma placa de vidro (superfície plana) envolvida por uma fita dupla face. No centro de cada um foi inserido um bloco cerâmico, com a superfície a ser testada em contato com a fita. A resina acrílica foi, então, dispensada na fase arenosa. Após polimerização final o cilindro foi removido da placa e obtido assim, uma amostra em resina acrílica com o bloco cerâmico no centro. Em seguida, esses blocos foram limpos com o auxílio de um lenço de papel umedecido com álcool isopropílico manipulado a 10% (Farmácia de Homeopatia e Manipulação, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil).

Após esse processo, os blocos tiveram a superfície jateada com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) revestidas por sílica de $30\mu m$ (Rocatec Soft, 3M ESPE, St. Paul, Minnesota, EUA), utilizando um aparelho específico (Dento-Prep™, RØNVIG A/S) (AMARAL et al., 2014). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10mm com inclinação de 45° da ponta do dispositivo. A pressão exercida foi de 2.8 bar por 15s (Figura 4).

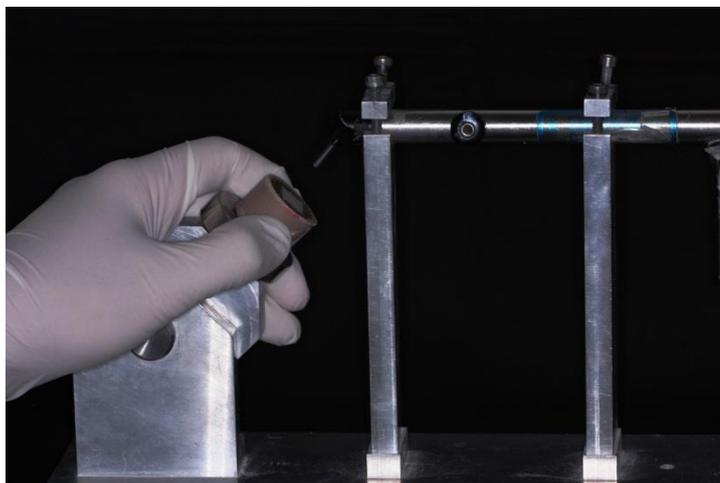


Figura 4. Equipamento para padronização da aplicação do Rocatec Soft.

Já nos grupos GS (*Glaze Spray*), foi aplicado nas superfícies dos blocos, ainda não incluídos, o *Glaze Spray VITA AKZENT Plus* (Vita Zahnfabrik, Alemanha), borrifado a uma distância padronizada de 5cm da superfície cerâmica, por 3s, tempo necessário para que a superfície cerâmica estivesse completamente coberta (Figura 5). Em seguida, as amostras foram levadas ao forno VITA

VACUMAT 6000 MP (VITA, Zahnfabrik, Alemanha) para o processo de queima do *glaze* (Figura 6).



Figura 5. Dispositivo adaptado para vitrificação da amostra cerâmica.



Figura 6. Amostras vitrificadas antes da queima do *glaze*.

4.4. Cimentação das amostras:

Os grupos GS foram, nesse momento, incluídos em resina acrílica, seguindo o protocolo previamente descrito. Em seguida, cada superfície foi condicionada com ácido fluorídrico a 10% (Condac Porcelana FGM, Pinheiros, SP, Brasil) por diferentes intervalos (Figura 7), de acordo com seu grupo, e lavada com spray de ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento (Figura 8). Os blocos foram novamente limpos em banho sônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) por 5 min em água destilada para remoção do precipitado ácido.

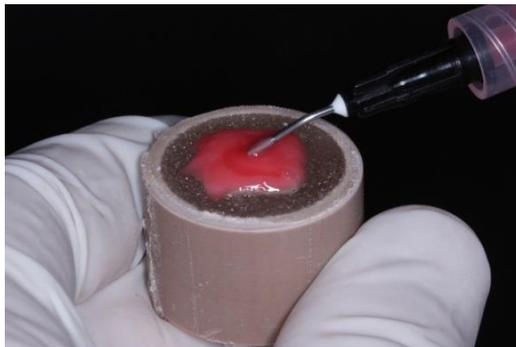


Figura 7. Condicionamento com HF da amostra vitrificada.



Figura 8. Lavagem da amostra condicionada com HF.

Sobre esses blocos cerâmicos, já fixados no cilindro de resina acrílica, foi aplicado o adesivo Single Bond Universal (3M ESPE®, EUA) com auxílio de microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) de forma ativa por 60s, deixando agir por 20s e aplicado leve jato de ar por 5s, sem fotopolimerizar (Figura 9).

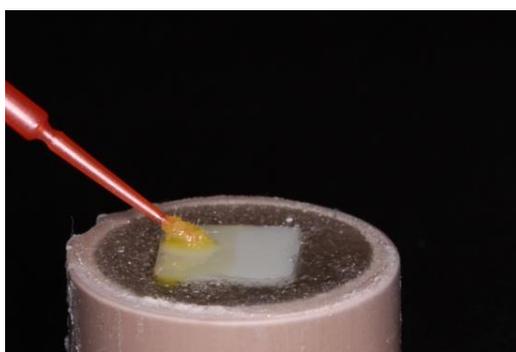


Figura 9. Aplicação do adesivo universal sobre amostra

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

SP, Brasil) derretidas por um gotejador elétrico (Kota, São Paulo, São Paulo, Brasil) (Figura 10).



Figura 10. Matrizes transparentes fixadas sobre uma amostra.

Em seguida, o cimento resinoso dual RelyX[®] Ultimate (3M ESPE, EUA), foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido dentro da matriz com o auxílio de uma seringa centrix (ponta accudose agulha) (Polidental Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 11). A fotopolimerização foi realizada com o LED Rádi-Cal (SDI, Pinheiros, SP, Brasil), em cada face do tygon, com intensidade de 1200mW/cm e tempo de polimerização de 40 segundos em cada face.

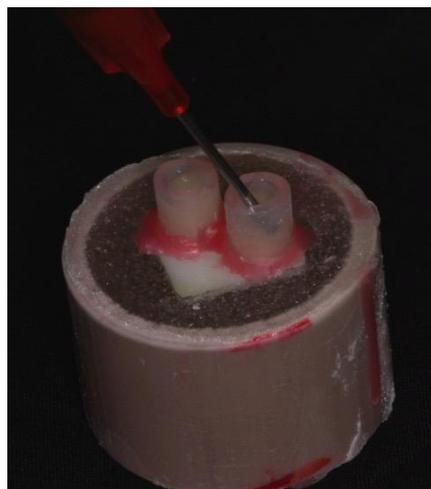


Figura 11. Inserção do cimento resinoso.

Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24 horas. Passado esse tempo, as matrizes foram removidas com o auxílio de lâminas de bisturi número 12 (Becton Dickinson, New Jersey, EUA), obtendo, dessa maneira, os corpos de prova do estudo (Figura 12).

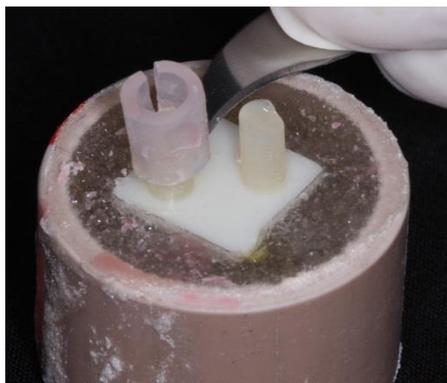


Figura 12. Corpos de prova.

4.5. Ciclos térmicos:

Foram realizados 6000 ciclos em uma termocicladora (Nova Ética, São Paulo, SP, Brasil), com temperatura variando de 5°C \pm 1°C a 55°C \pm 1°C, com 30s de imersão em cada banho foram realizados.

4.6. Teste de resistência ao cisalhamento:

Para o ensaio de cisalhamento foi utilizado o dispositivo (Odeme Dental Research, Luzerna, Santa Catarina, Brasil) com um fio de aço de 0,4mm de diâmetro que envolveu o cilindro de cimento, fazendo contato pela metade de sua circunferência, mantido contra a interface cimento/cerâmica. A força de cisalhamento aplicada para cada espécime, pela Máquina de Ensaio Universal (EMIC, DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil), foi de 20KgF, com velocidade de 1mm/min até a falha ocorrer. A força máxima de resistência de união foi registrada (em KgF) e utilizada para o cálculo da resistência adesiva (Figura 13).

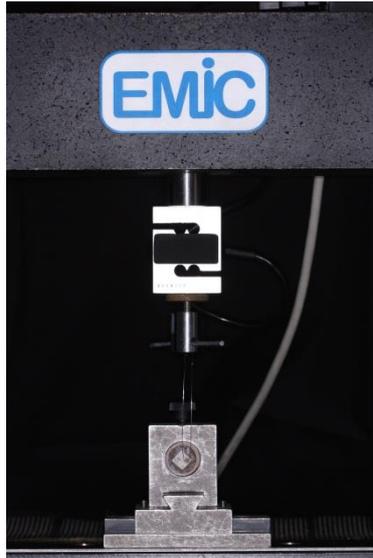


Figura 13. Corpo de prova em posição na máquina de ensaio universal.

A área adesiva (mm^2) de cada amostra utilizada para cálculo da resistência adesiva em MPa (N/mm^2).

4.7. Análise do Modo de Falha:

Para a análise das estruturas remanescentes dos corpos de prova, após o ensaio mecânico, foi utilizada uma lupa esteriomicroscópica Stemi 2000-C (Karl Zeiss), com aumento de 16X, acoplada a uma câmara digital. Todas as amostras foram analisadas para classificação dos tipos de falha: adesiva (na interface adesivo-cerâmica), coesiva (envolve apenas um dos substratos) ou mista (envolve a interface adesiva juntamente com um dos substratos) (Figura 14).

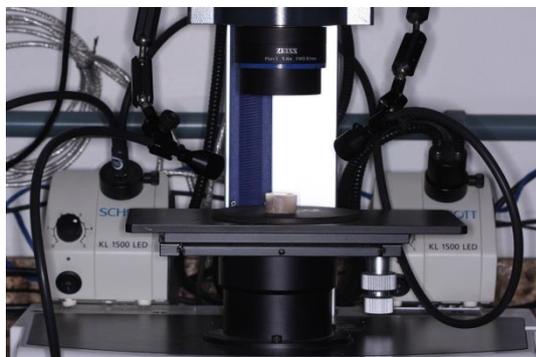


Figura 14. Corpo de prova posicionado para análise do modo de falha.

4.8. Perfilometria:

Uma amostra adicional de cada grupo foi preparada com o objetivo de avaliar a morfologia de superfície. O perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) (Figura 15) foi conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional-3D) para mensuração da camada residual de *glaze* pós condicionamento com HF. Foram obtidas 4 micrografias para cada amostra e calculou-se o valor médio da camada de *glaze* após o condicionamento com HF.

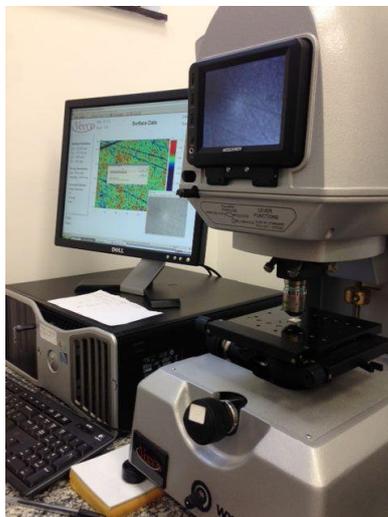


Figura 15. Perfilômetro Óptico Digital (LAS-INPE).

4.9. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV):

As mesmas amostras analisadas anteriormente no perfilômetro foram limpas com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo), secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono. Em seguida, foram metalizadas (EMITECH SC7620), recebendo uma fina camada (12 nm) de liga de ouro. Por fim, foram posicionadas em Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT S50 (FEI, República Tcheca) (Figura 16) em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD. Foi realizada a análise de superfície e quantificação do tamanho médio dos grãos, com aumento de 100x, 1.000x, 5.000x e 20.000x.

4.10. Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Para a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico foi utilizada a análise em Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS) nas mesmas amostras utilizadas para realização de MEV. Esta técnica é baseada na análise das energias características de Raios X emitidos por cada elemento que compõem a amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície desta amostra. O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Foram analisadas em EDS as mesmas amostras utilizadas no MEV. Elas foram limpas com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) com o auxílio de uma escova dental (Sorriso - Colgate Palmolive Comercial Ltda. – São Bernardo do Campo - São Paulo). Em seguida, foram lavados em banhos ultrassônicos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) durante oito minutos, acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP. Taquaritinga – São Paulo) durante oito minutos e posteriormente com álcool 70% durante oito minutos. As amostras foram secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e a sua superfície limpa foi, então submetida à análise em EDS.

A espectroscopia por dispersão de energia foi realizada na superfície da cerâmica utilizando-se MEV INSPECT S50 (FEI – Czech Republic) e utilizando o sistema EDS da Bruker com programa Spirit 1.0. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Para cada área mensurada da amostra (1mm²) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

4.11. Análise estatística:

Para avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência de união, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (Kruskal-Wallis com nível de significância de 5%), após ser considerada a distribuição dos resíduos.

Os valores resíduos, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas

válidas. Foi determinado que os dados originais não proporcionaram um adequado ajuste, pois os dados não se ajustaram a uma distribuição normal de probabilidade.

Já para verificar quais os grupos possuem essa diferença fez-se o teste de Dunn ($p \leq 0.05$).

5 RESULTADOS

5.1. Cisalhamento:

O teste Kruskal-Wallis (Tabela 02) revelou uma interação significativa, o que indica que houve alteração da resistência de união em razão do tratamento de superfície (p valor= 0,001).

Tabela 02: Resultados do teste de Dunn para os valores de resistência (MPa).

	N	Média		Desvio Padrão	Coefficiente de variação
RS	20	22,10	A	2,78	12,62%
GS20s	11	8,10	B	5,59	69,05%
GS60s	6	10,49	B	5,38	51,28%
GS100s	4	7,53	B	4,62	61,38%

De acordo com a tabela 02 foi possível verificar, por meio de Teste de Dunn ($p \leq 0.05$) que: a média valores de resistência de união do grupo Rocatec (RS) ($22,10 \pm 2,78$ MPa) foi estatisticamente superior aos valores médios de resistência de união dos grupos GS20s ($8,10 \pm 5,59$ MPa), GS60s ($10,49 \pm 5,38$ MPa) e GS100s ($7,53 \pm 4,62$ MPa) assim como que o tempo de condicionamento com HF a 10% não influenciou os valores de resistência de união pois os grupos GS20s, GS60s e GS100s uma vez que estes grupos apresentaram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes entre si.

Foram encontradas falhas pré-testes nos grupos GS20s (9 falhas), GS60s (14 falhas) e GS100s (16 falhas), caracterizadas por soltura da coluna de cimento do bloco cerâmico durante a termociclagem.

5.2. Análise de estéreo microscópio:

A análise de estéreo microscópio desmostrou uma totalidade de falhas adesivas (100%) (Figura 16).

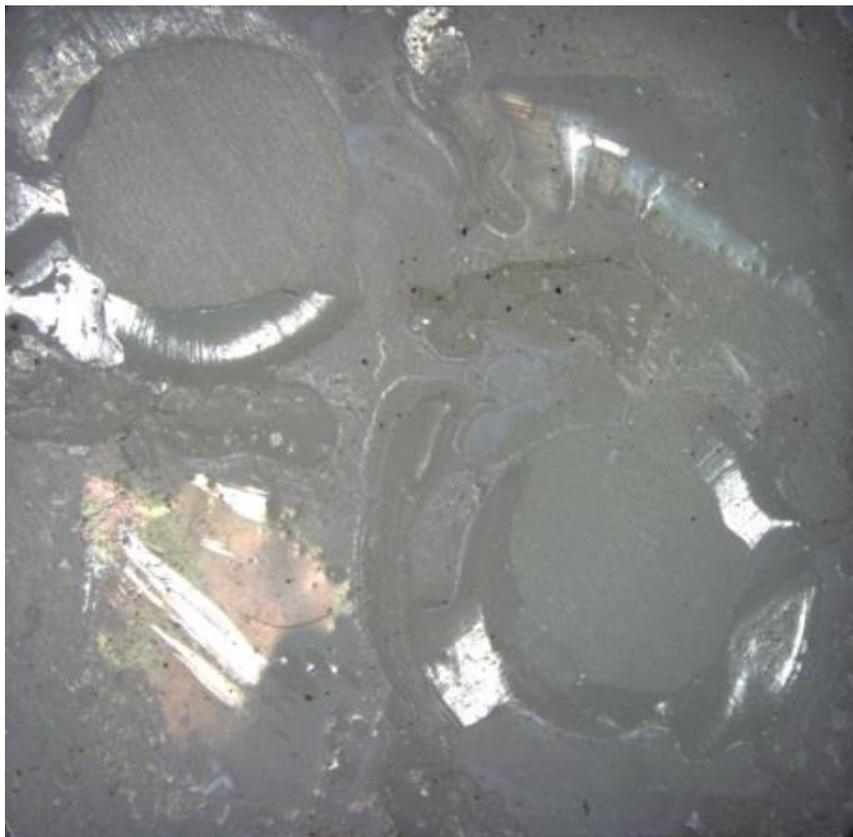


Figura 16. Falha adesiva em uma amostra do grupo RS.

5.3. Perfiometria:

A análise da geometria tridimensional revelou uma diminuição da espessura da camada de *glaze* sobre a cerâmica Y-TZP inversamente proporcional ao tempo condicionamento com HF (20s, 60s e 100s).

As imagens em 3D dessas superfícies em perfilometria óptica, representativas das superfícies cerâmicas do grupo controle (Figura 17) assim como dos grupos submetidos aos protocolos de vitrificação por meio de *glaze* spray após o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 20s (Figura 18), 60s (Figura 19) ou 100s (Figura 20) são apresentadas abaixo.

Nas imagens obtidas, regiões vermelhas representam picos (maior rugosidade), regiões azuis representam vales e verdes são áreas neutras.

Os valores de espessura da camada de *glaze* residual foram: $5 \pm 1 \mu\text{m}$ no GS20s, (Figura 21), $4 \pm 1 \mu\text{m}$ no GS60s (Figura 22) e $3 \pm 1 \mu\text{m}$ no GS100s (Figura 23).

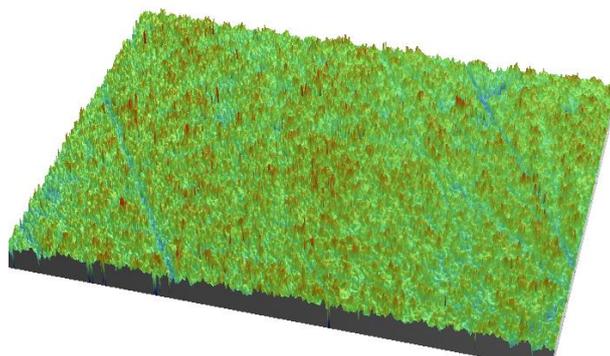


Figura 17. Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo RS.

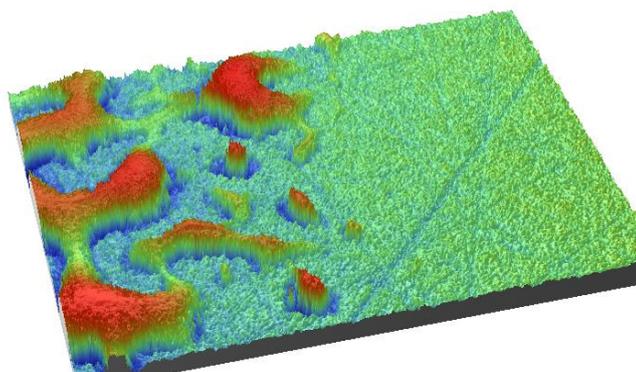


Figura 18. Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo GS20s.

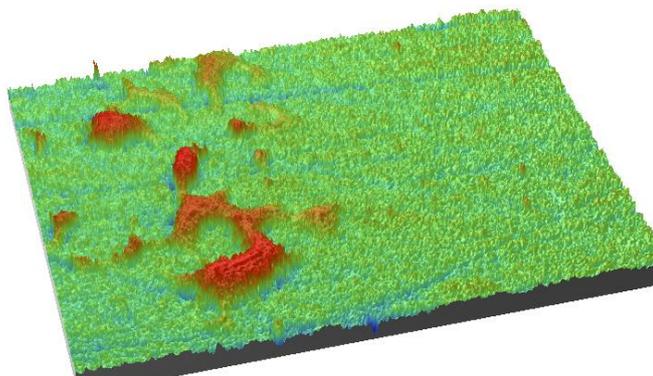


Figura 1919. Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo GS60s.

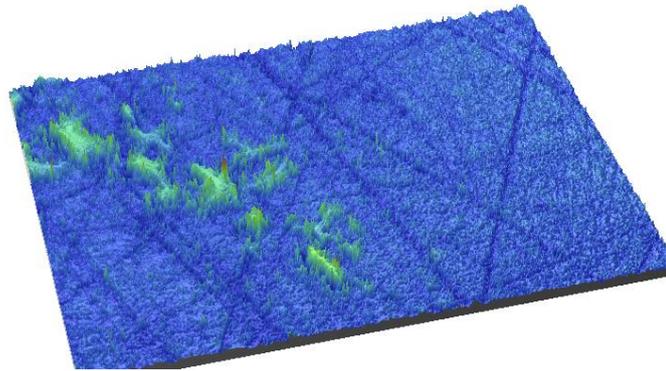


Figura 20. Imagem 3D da perfilometria da amostra do grupo GS100s.



Figura 21. Imagem da aferição da camada de *glaze* do grupo GS20s.



Figura 20. Imagem da aferição da camada de *glaze* do grupo GS60s.

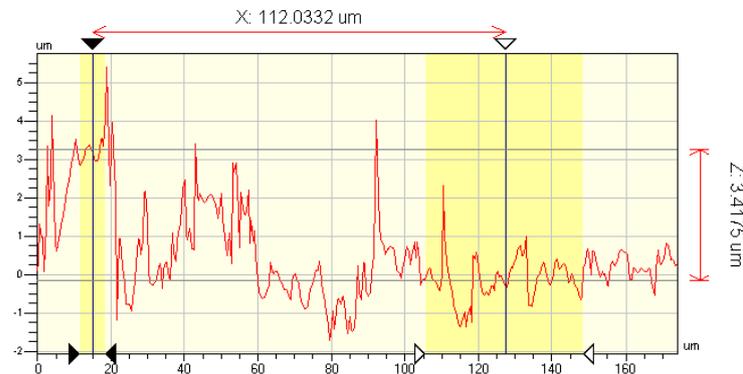


Figura 21. Imagem da aferição da camada de *glaze* do grupo GS100s.

5.4. MEV

As imagens de MEV da amostra do grupo controle (RS) (Figuras 24 e 25) demonstrou uma superfície homogênea composta pela superfície de zircônia modificada pelo jateamento com o óxido de sílica (30 μ m).

Já a amostra do grupo GS20s apresentou uma superfície composta predominantemente por zircônia com poucas áreas ainda possuindo *glaze* disperso sobre a cerâmica (“ilhas de *glaze*”) (Figuras 26 a 29). Além disso, foi possível observar a presença de uma superfície com muitas ranhuras (Figura 28) indicativas de arrancamento de grãos pelas lixas de carbetto de silício durante a confecção das amostras.

Assim como no GS20s, os outros grupos vitrificados (GS60s e GS100s) demonstraram a presença de superfície composta principalmente por zircônia com presença de “ilhas de *glaze*” espalhadas (Figuras 30 a 37). Também pode-se observar que as ranhuras indicativas de soltura de grãos pelas lixas durante a confecção das amostras (Figuras 31 e 35).

Por meio das imagens obtidas foi possível notar que a medida que se aumenta o tempo de condicionamento da superfície com o HF a 10%, a quantidade de *glaze* remanescente se tornou-se mais escassa.

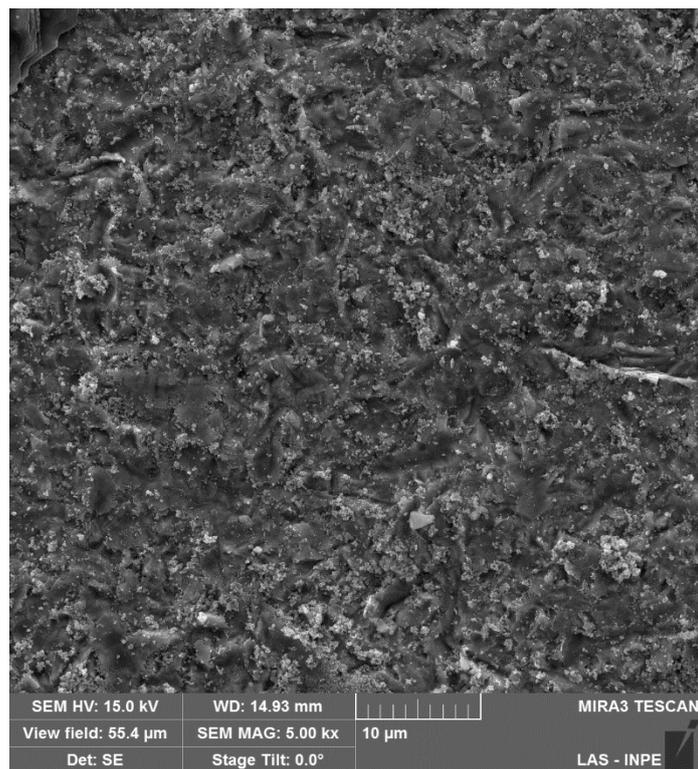


Figura 22. Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo RS.

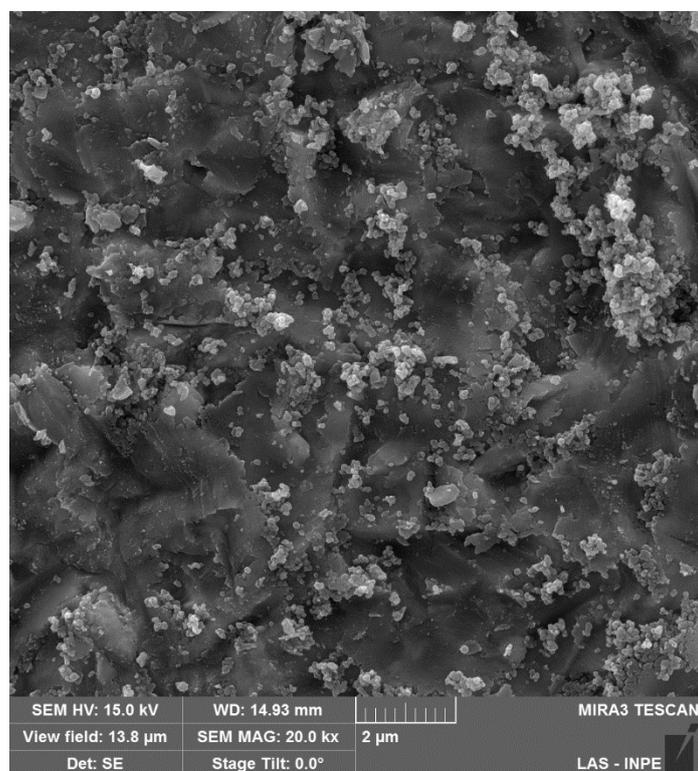


Figura 23. Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo RS.

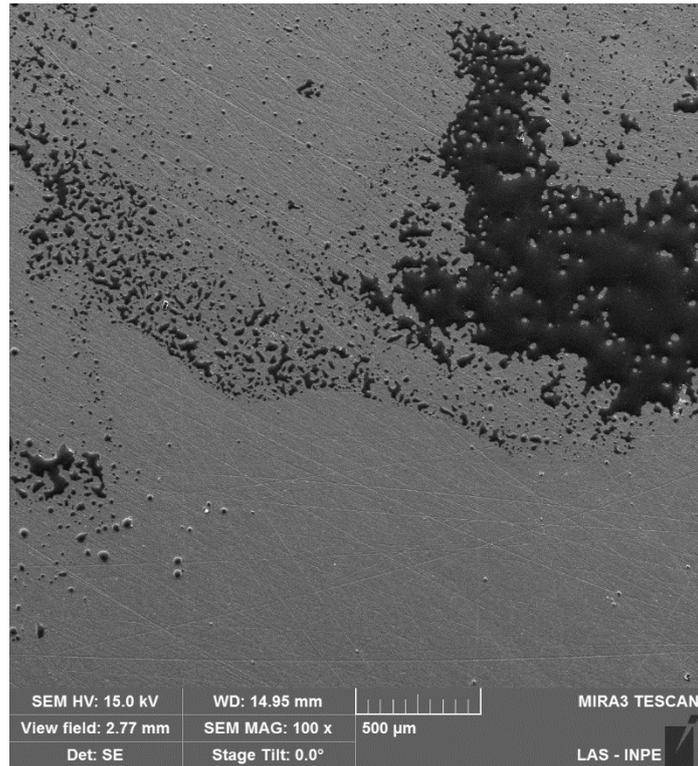


Figura 24. Microscopia Eletrônica de Varredura (100x) do grupo GS20s.

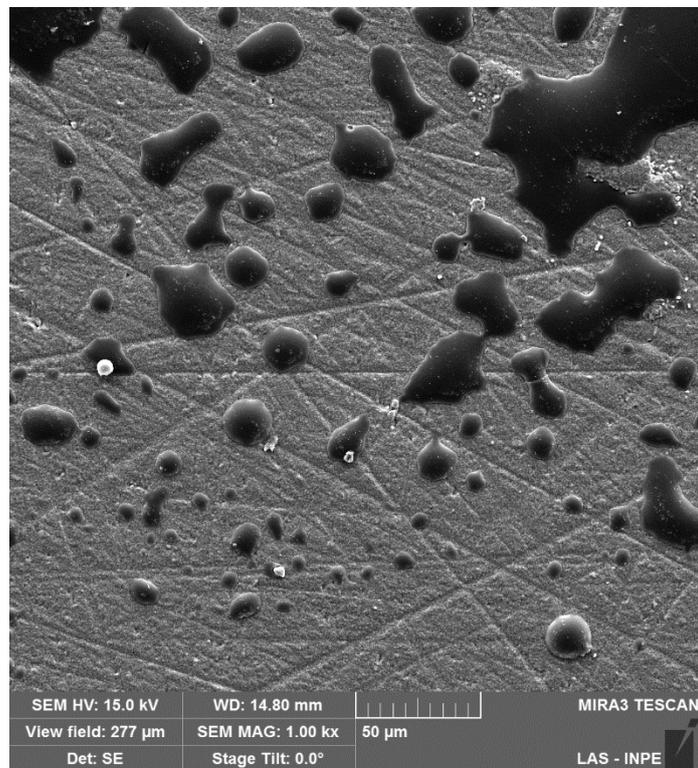


Figura 25. Microscopia Eletrônica de Varredura (1.000x) do grupo GS20s.

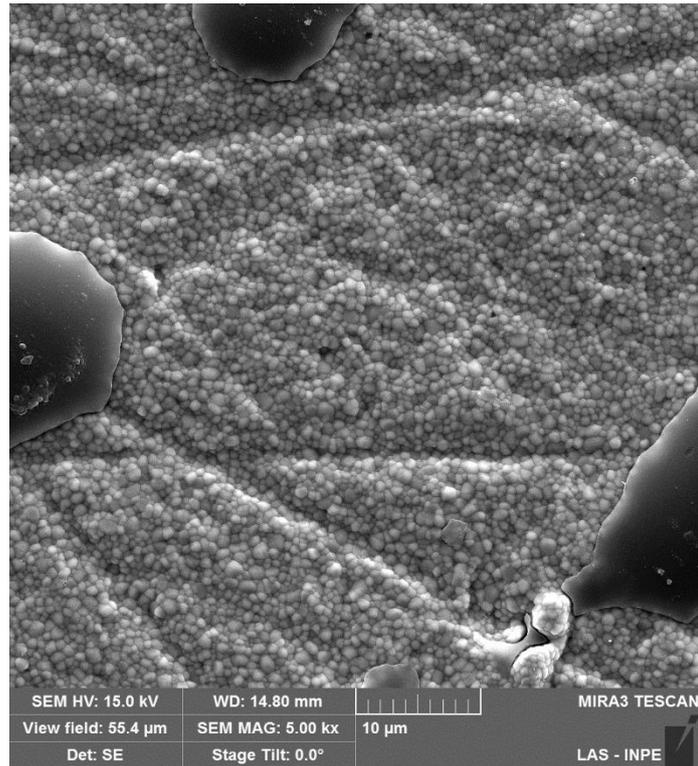


Figura 26. Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo GS20s.

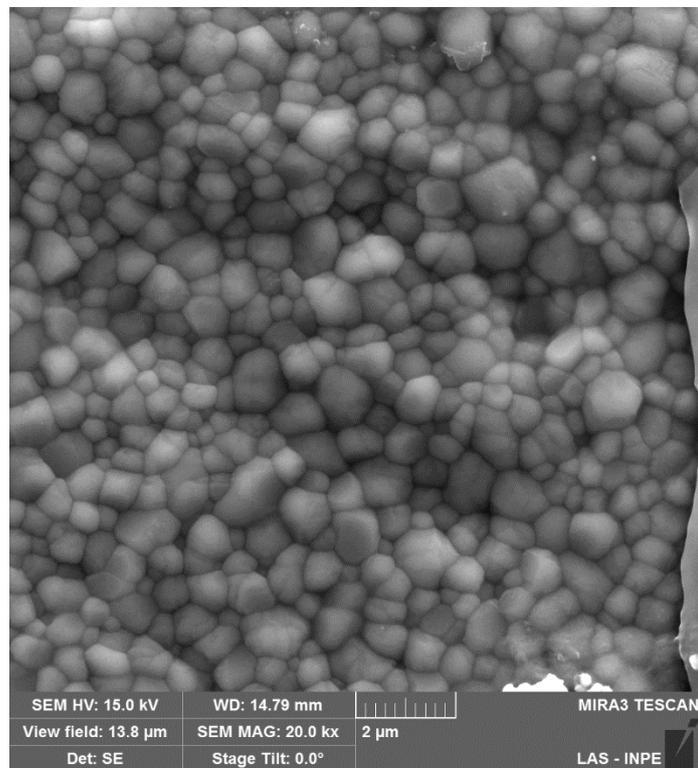


Figura 27. Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS20s.

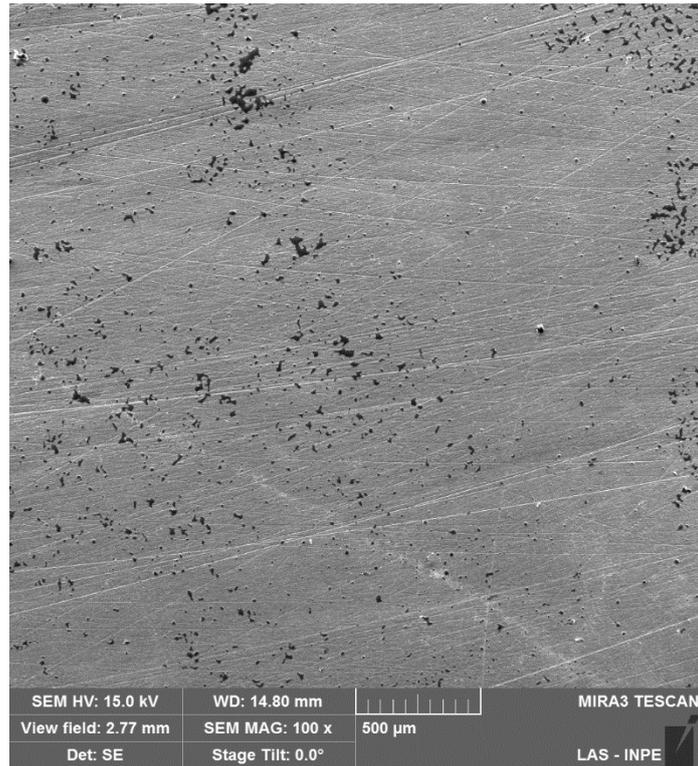


Figura 28. Microscopia Eletrônica de Varredura (100x) do grupo GS60s.

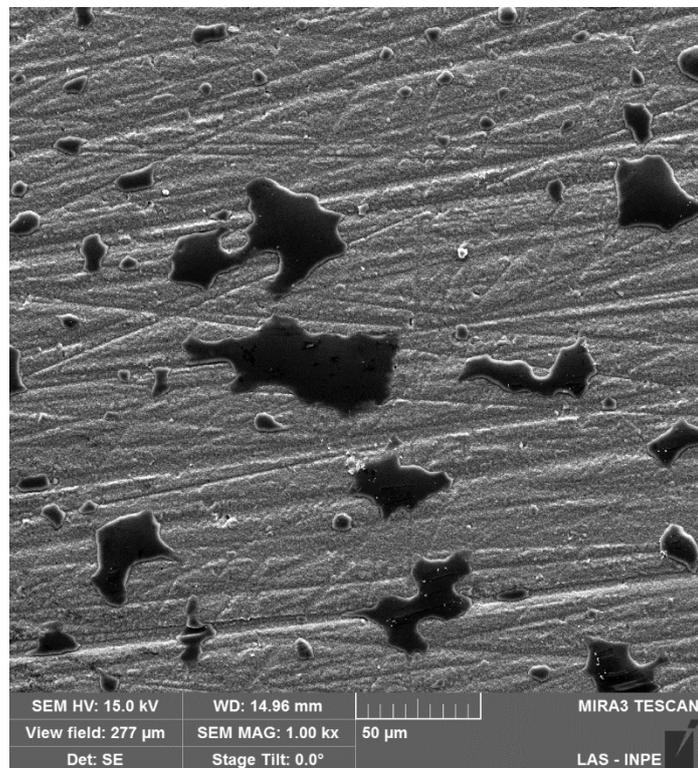


Figura 29. Microscopia Eletrônica de Varredura (1.000x) do grupo GS60s.

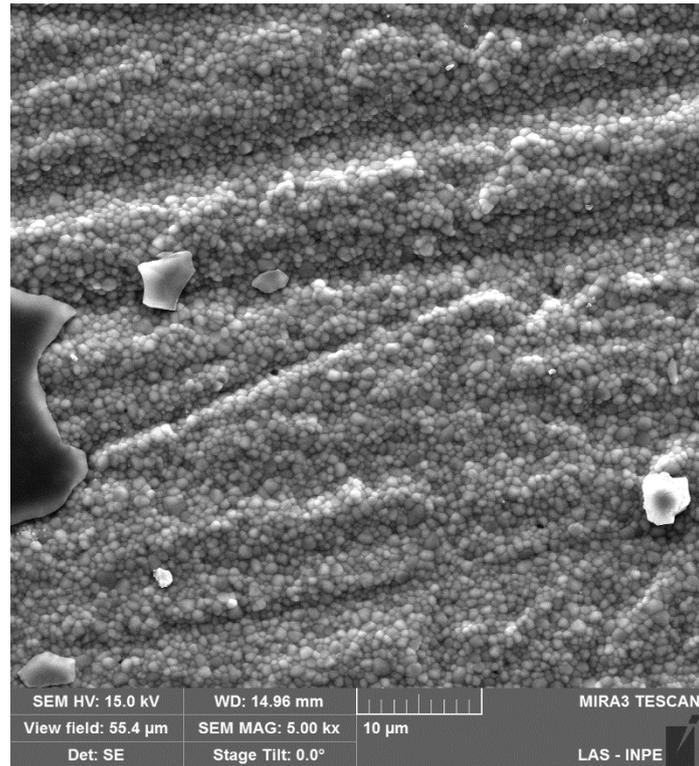


Figura 30. Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo GS60s.

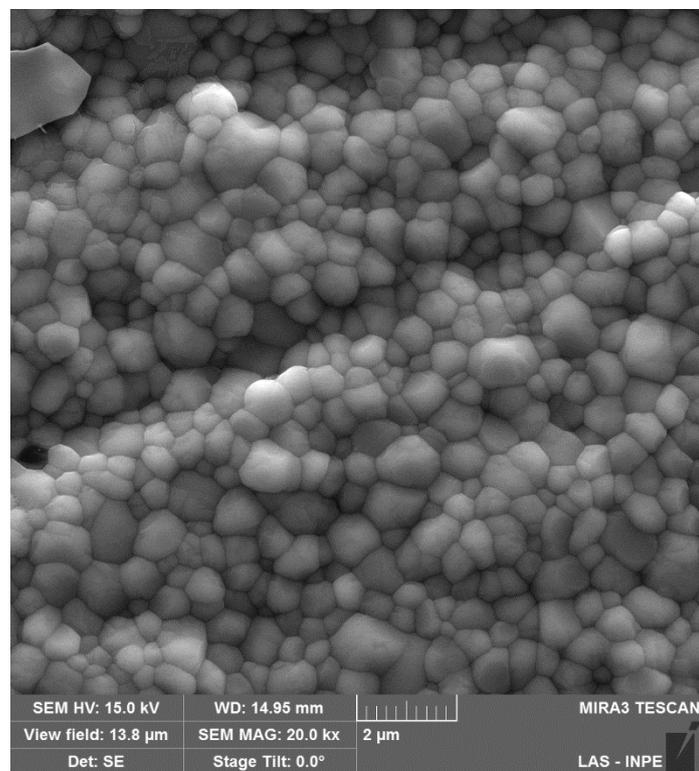


Figura 31. Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS60s.

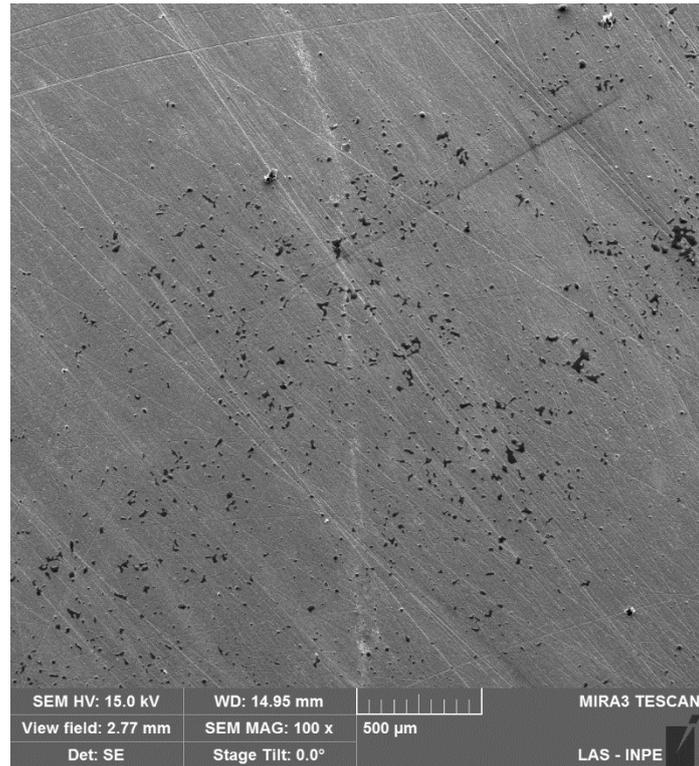


Figura 32. Microscopia Eletrônica de Varredura (100x) do grupo GS100s.

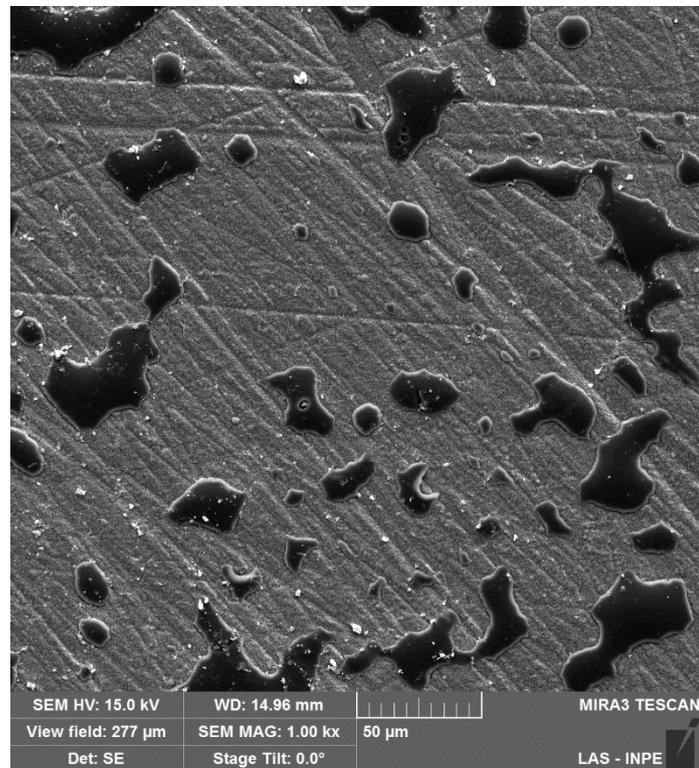


Figura 33. Microscopia Eletrônica de Varredura (1.000x) do grupo GS100s.

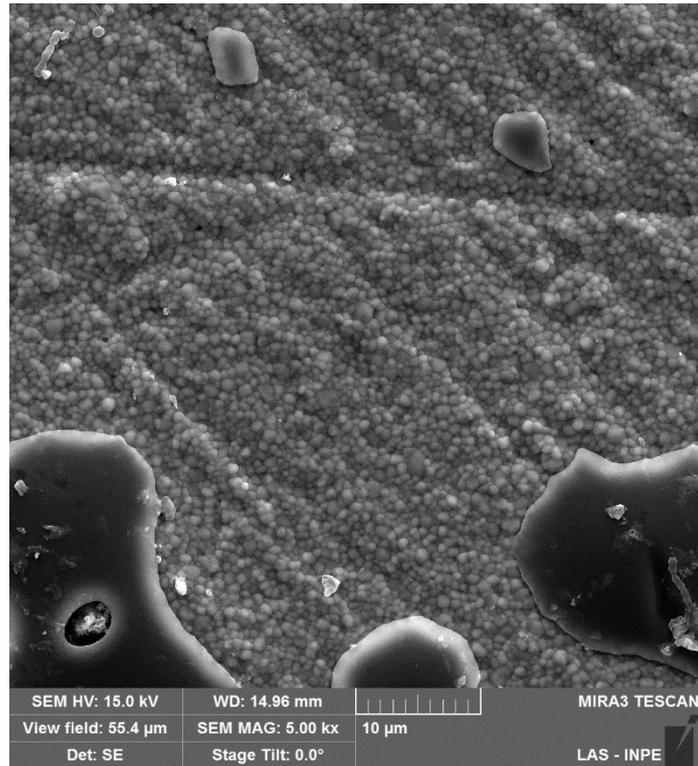


Figura 34. Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo GS100s.

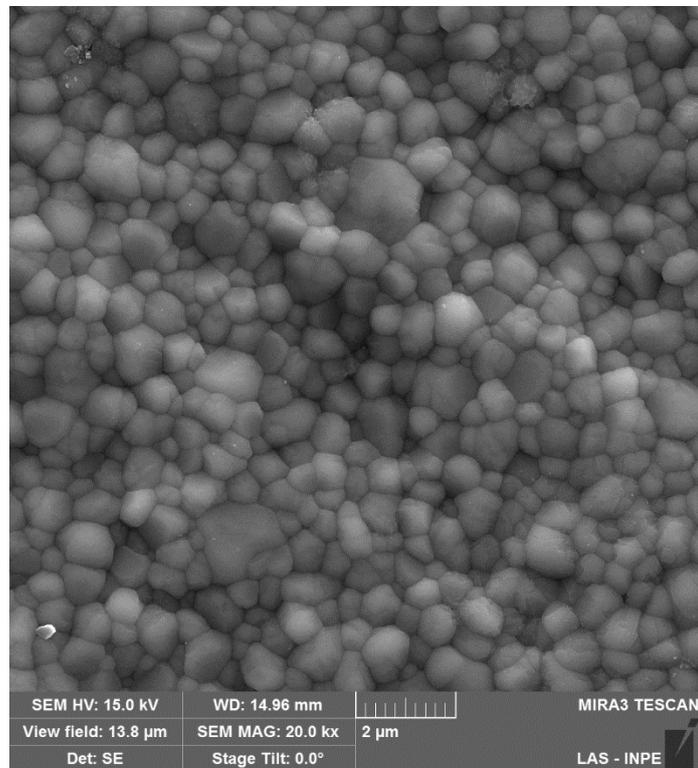


Figura 35. Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS100s.

5.5. EDS

A análise em EDS de cada grupo estudado revelou a presença dos seguintes elementos em sua composição: Alumínio (Al), Ca (cálcio), K (potássio), Na (sódio), Oxigênio (O), Sílica (Si) e Zircônia (Zr). O peso (%) para cada elemento químico encontrado no grupo RS foi: Al (1,9%), O (30,0%), Si (1,8%) e Zr (66,3%) (Figura 38). No GS20s foi: Al (1,3%), K (1,7%), Na (1,7%) O (38,7%), Si (6,6%) e Zr (60,1%) (Figura 39). No GS60s foi: Al (0,4%), O (24,5%), Si (0,8%) e Zr (74,3%) (Figura 40). No GS100s foi: Al (0,9%), K (0,4%), Na (0,5%) O (25,3%), Si (1,9%) e Zr (71,4%) (Figura 41).

Na amostra do grupo GS60s foi realizada uma aferição extra da composição química apenas de uma região coberta por *glaze* remanescente após condicionamento com HF (“ilha de *glaze*”) (Figura 42). Nessa área o peso (%) para cada elemento químico encontrado foi de: Al (5,5%), Ca (2,6%), K (5,9%), Na (6,2%) O (42%) e Si (37,9%) (Figura 43).

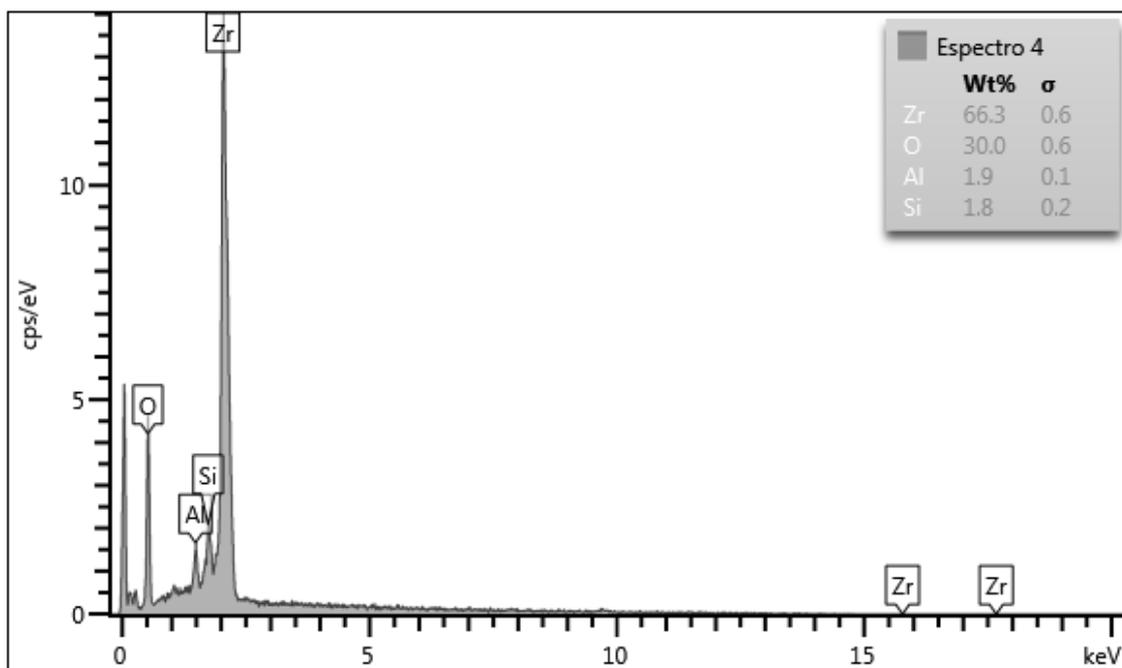


Figura 36. Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo RS.

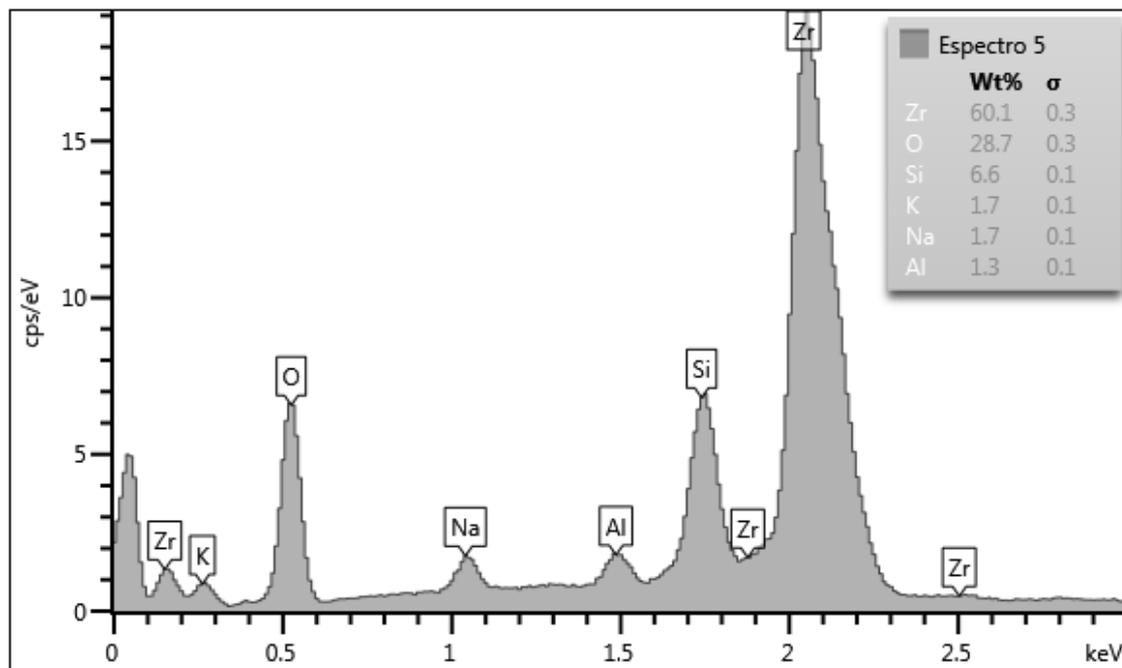


Figura 37. Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS20s.

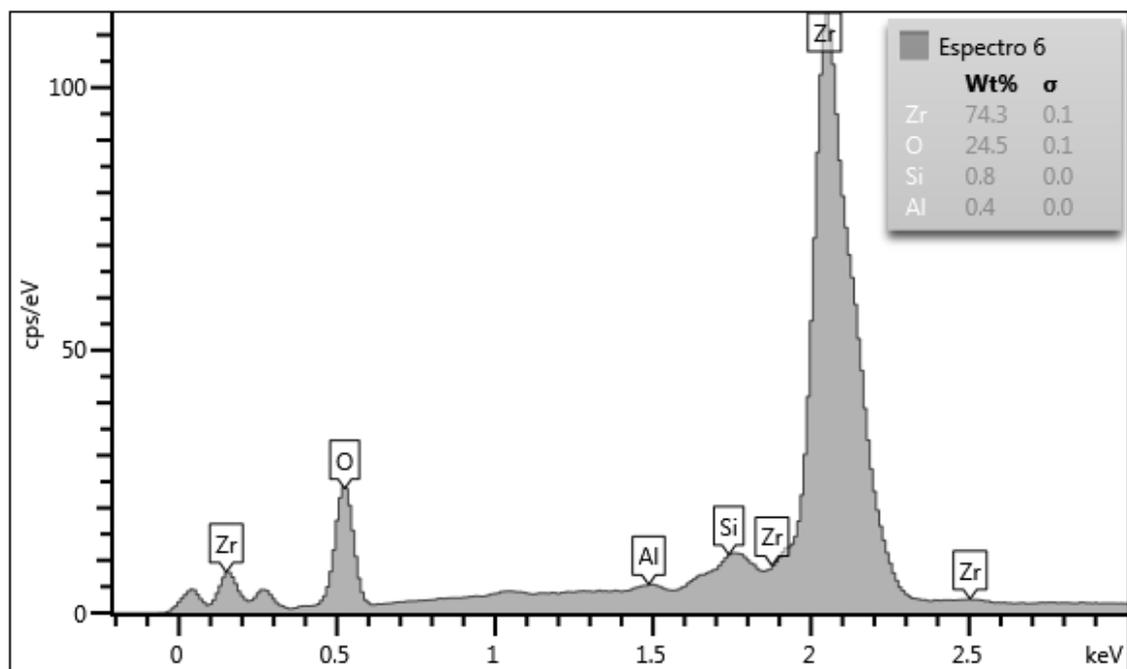


Figura 38. Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS60s.

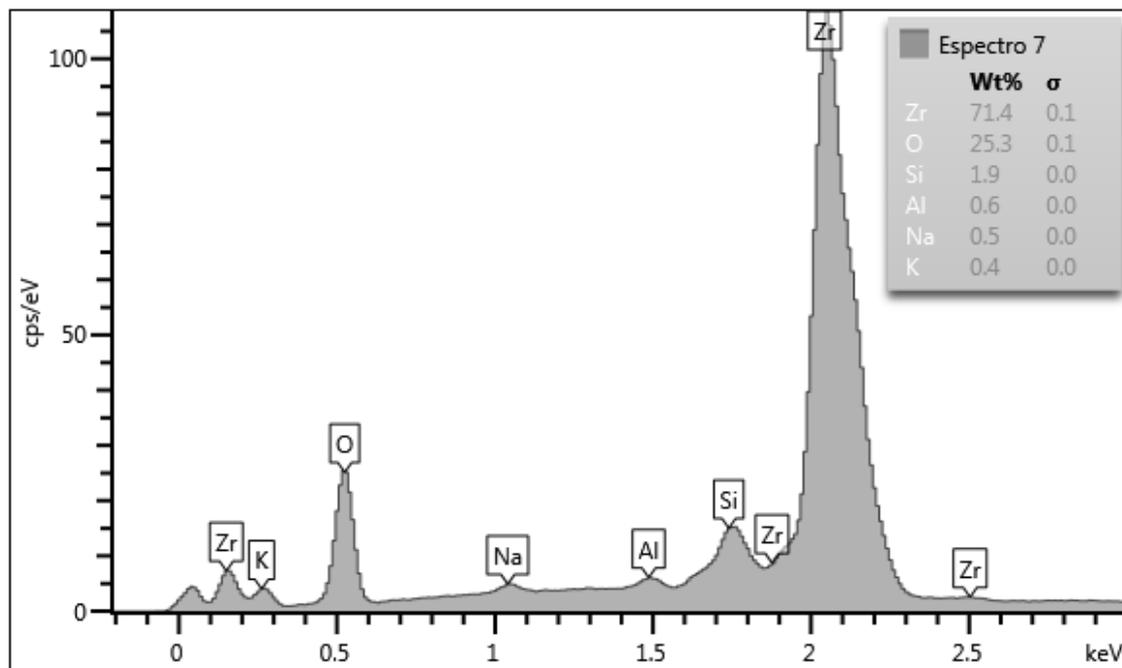


Figura 39. Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS100s.

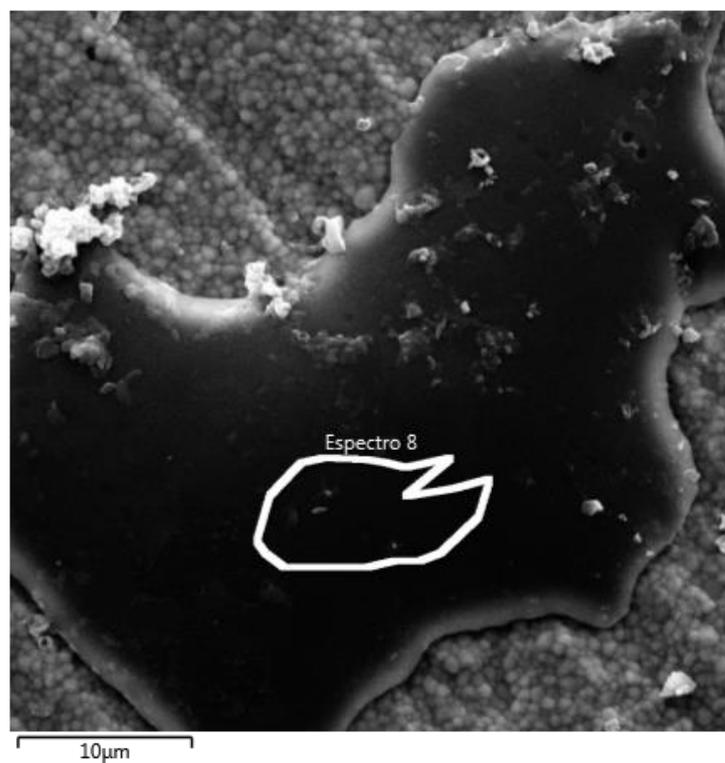


Figura 40. Microscopia Eletrônica de Varredura (20.000x) do grupo GS60s indicando a área de galze analisada pelo EDS.

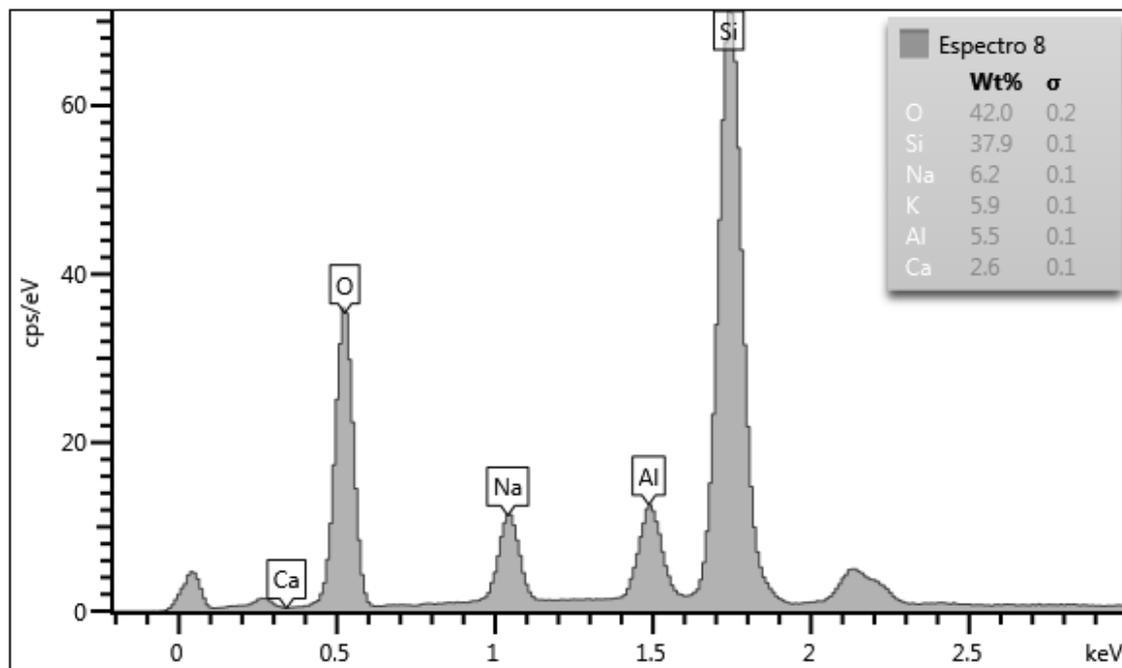


Figura 41. Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica do grupo GS60s coberta pelo *glaze*.

6 DISCUSSÃO

Embora as boas propriedades mecânicas da cerâmica Y-TZP, comparada a outras cerâmicas, e ópticas, quando comparada ao metal, um condicionamento de superfície que gere uma resistência de união confiável pela cimentação adesiva, responsável pelo sucesso clínico a longo prazo das próteses fixas, que possibilite a prática de uma Odontologia menos invasiva e que não gere danos a estrutura dessa cerâmica apresenta resultados contraditórios (AMARAL et al., 2014b; GOTTI et al., 2011; ÖZCAN e BERNACONI, 2015; ÖZCAN e YRTKINER, 2016; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015; USUMES et al., 2013). O elevado teor cristalino que não permite o condicionamento pelo HF (VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014) cria uma das principais limitações do uso da zircônia (USUMES et al., 2013). No entanto, a maioria dos estudos têm demonstrado que a modificação química e/ou mecânica da cerâmica Y-TZP, por algum tratamento de superfície, influencia positivamente na união dessa cerâmica aos cimentos resinosos (CAVALCANTI et al., 2009; GARGAVA e RAM, 2013; GOTTI et al., 2011; INOKOSHI et al. 2013; MARTINS et al., 2015; MORADABADI et al., 2014; SARMENTO et al., 2014; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015; USUMES et al., 2013). Visto isso, esse estudo foi realizado a fim de avaliar o efeito de três diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico na superfície vitrificada de uma cerâmica Y-TZP associado a utilização de um adesivo universal e de um cimento resinoso de presa dual.

O grupo controle dessa pesquisa foi constituído por uma cerâmica Y-TZP silicatizada. Esse procedimento consistiu em revestimento da superfície da cerâmica com sílica, por meio de abrasão de partículas de alumina revestidas com sílica (30 μ m), com posterior aplicação do adesivo universal contendo um agente de acoplamento silano (AMARAL et al., 2014; INOKOSHI et al., 2013; SARMENTO et al., 2014; USUMES et al., 2013). Esse procedimento remove os contaminantes da superfície interna da zircônia (INOKOSHI et al. 2013; MARTINS et al., 2015) melhora a retenção micromecânica por meio de aumento da rugosidade superficial, da energia superficial e da molhabilidade (MORADABADI et al., 2014; TANIS, AKAY e KARAKI, 2015). Além disso, esse tratamento promove uma adesão química entre a superfície da cerâmica e a matriz orgânica do cimento resinoso (AMARAL et al., 2014) por meio da ligação dos monômeros de silano que, reagem com a superfície revestida por sílica dentro dos grupos silanol, formam ligações de

hidrogênio e, finalmente, uma película muito fina de silano ligados covalentemente (ÖZCAN e YRTKINER, 2016; PEREIRA et al., 2015). Em seguida, esse silano com suas duplas ligações carbono-carbono livre reage com o cimento resinoso (ÖZCAN e YRTKINER, 2016). Dessa maneira uma boa resistência de união é obtida. Um intervalo mínimo para uma resistência de união aceitável sugerido pela literatura é de 10 a 13MPa (LÜTHY, LOEFFEL, e HAMMERLE, 2006). Attia et al. (2011) realizando esse mesmo condicionamento de superfície encontrou um intervalo entre 10 a 16MPa, porém o presente estudo, apresentou maior valor de resistência de união para este grupo, em média 22MPa, mesmo após o envelhecimento. Esse fato pode estar relacionado à utilização associada de um adesivo universal que contém MDP em sua composição (CAVALCANTI et al; 2009; GOTTI et al., 2011; INOKOSHI et al., 2013; PEREIRA et al., 2015; TANIS, AKAY e KARAK, 2015). A interação química desse monômero pode melhorar a resistência de união das cerâmicas cristalinas, pois esses monômero possuem duas extremidades de ligação: uma extremidade tem grupos vinilo que reagem com os monômeros do cimento resinoso quando polimerizado; e no outro extremo, grupos éster fosfatados apresentam forte ligação hidrofílica a óxidos metálicos, tais como ZrO_2 (AMARAL et al., 2014b; GOTTI et al., 2011). Porém, já é comprovado que a utilização desse monômero, sem nenhum tratamento de superfície prévio a sua aplicação é ineficaz em produzir uma adesão aceitável a cerâmica Y-TZP (PEREIRA et al., 2015), devendo sempre ser associado a algum outro tipo de condicionamento de superfície (MELO et al., 2015; ÖZCAN, 2014; ÖZCAN e BERNASCONI, 2015; PEREIRA et al., 2015; USUMEZ et al., 2013).

Apesar dos resultados promissores de resistência de união após a silicatização, estudos anteriores (AMARAL et al., 2014; AMARAL et al., 2014b; MELO et al., 2015; MORADABADI et al., 2014) demonstraram que esse método pode criar uma zona de dano crítico envolvendo sulcos e defeitos que podem atuar gerando consequências clínicas imediatas ou falhas pré-maturas. Isso acontece devido a tensão de compressão residual que promove a transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica ($t \rightarrow m$), que, a longo prazo, pode ser prejudicial, não só por causa dos defeitos que cria, mas também por causa da degradação a baixa temperatura sofrida pela zircônia (MELO et al., 2015). Contudo, foi comprovado a existência da transformação reversa de fases ($m \rightarrow t$) após o

tratamento térmico para aplicação da cerâmica de cobertura sobre a zircônia (SOUZA et al., 2013). Devido a esses fatores, uma abordagem alternativa foi introduzida para tentar melhorar a resistência de união à cerâmica Y-TZP e o cimento resinoso (AMARAL et al., 2014; AMARAL et al., 2014b; NTALA et al., 2010; PEREIRA et al., 2015). Esse outro tratamento envolve a aplicação de uma fina camada de vidro a superfície da zircônia para enriquecer a superfície com óxidos de silício, o que facilita a união química por meio da aplicação do silano. Esse por sua vez produz uma ligação siloxano entre a sílica contida nessa nova camada vitrificada e a matriz orgânica do cimento resinoso (AMARAL et al., 2014; NTALA et al., 2010). Além disso, a vitrificação permite o condicionamento com HF, que modifica a topografia da superfície e cria retenções micromecânicas, semelhante aos mecanismos de união a cerâmicas ácido sensíveis, buscando, desta maneira, favorecer a obtenção de valores mais elevados de retenção entre o cimento e a cerâmica (AMARAL et al., 2014b, BOTTINO et al., 2015; MARTINS et al., 2015; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014).

No entanto, os valores de resistência de união obtidos nos grupos vitrificados foram significativamente inferiores ao grupo controle (Tabela 02). Tendo o grupo GS60s valores de união mais próximos ao considerado aceitável pela literatura (LÜTHY, LOEFFEL, e HAMMERLE, 2006), enquanto os grupos GS20s e GS100s apresentaram valores menores. Para tentar justificar esse fato, Martins et al. (2015) afirmaram que a quantidade de sílica depositada na superfície da zircônia é maior quando realizada a silicatização em comparação com a vitrificação, o que poderia justificar o resultado obtido, porém, os resultados de EDS dessa pesquisa não corroboram com essa informação, pois pôde-se notar nas amostras que a porcentagem de sílica na superfície da cerâmica Y-TZP silicatizada ou vitrificada foi semelhante. Essa discordância pode ser atribuída aos diferentes tamanhos de partícula de sílica jateada sobre a superfície, que no estudo de Martins et al. (2015) foi de 100µm e nessa pesquisa foi menor (30µm). Apesar disso, outros autores alegam que a técnica de vitrificação, é um tratamento de superfície vantajoso para o sistema cerâmico como um todo (ANAMI et al., 2015b), de fácil aplicação, satisfatório custo benefício e que não induz danos na cerâmica (ANAMI et al., 2015a; MARTINS et al., 2015; MELO et al., 2015; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014).

Nessa pesquisa, foi adotado o número de 6000 ciclos térmicos, quantidade também utilizados por outros pesquisadores (AMARAL et al., 2014; AMARAL et al., 2014b; ÖZCAN e YETKINER, 2016; RIPPE et al., 2015; SARMENTO et al., 2014). Algumas amostras dos grupos vitrificados (G20s, G60s e G100S) foram perdidas durante o envelhecimento. Essa quantidade de falhas pré-teste está relacionada com os resultados de resistência de união obtidos nestes grupos (VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014). Estudos anteriores já haviam relatado resistência de união reduzida ou falhas prematuras devido à termociclagem, até mesmo em grupos nos quais a silicatização foi realizada (FEITOSA et al., 2015; USUMEZ et al., 2013). Em pesquisas, que possuíam um grupo controle sem nenhum tratamento de superfície, a totalidade de amostras desse grupo falhavam pré-maturamente, independente do sistema adesivo utilizado (AMARAL et al., 2014; USUMEZ et al. 2013; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014). A combinação da degradação hidrolítica, a difusão da água para dentro da camada interfacial e a irradiação térmica durante os ciclos térmicos favorecem essa degradação (AMARAL et al., 2014). Com isso, observa-se que a zircônia e sua interface adesiva são propensas ao envelhecimento (SARMENTO et al., 2014). Segundo Ntala et al. (2010), mesmo peças cimentadas com sistemas adesivos que possuem MDP têm sua adesão reduzida após a termociclagem, mas a presença desse monômero fosfatado gera condições capazes de suportar melhor esse envelhecimento (KIM et al., 2011). Isso se deve a ligação química de monômeros aos óxidos metálicos por meio de forças de van der Waals ou ligações de hidrogênio na interface cimento resinoso/zircônia (TANIS, AKAY e KARAK, 2015). Contudo nessa pesquisa todas as amostras foram cimentadas com um mesmo adesivo contendo MDP e envelhecidas, não possibilitando essa análise.

Outro fator que pode ser responsável pela obtenção de resistência de união não satisfatória é a ausência de monômeros fosfatados (MDP) na composição do cimento resinoso utilizado. Segundo Gotti et al. (2011) a ação combinada do MDP presente no adesivo e no cimento poderia conduzir a uma melhor ligação entre o dióxido de zircônio e o cimento resinoso. Alguns autores também afirmam que BisGMA ou HEMA melhoram as propriedades mecânicas do cimento (ATTIA et al., 2011; CAVALCANTI et al., 2009; ÖZCAN e YETKINER, 2016; RIPPE et al., 2015), contudo, a matriz do cimento resinoso utilizado nessa metodologia foi o TEGDMA.

Como cada sistema comercial apresenta composição e comportamento diferentes, não é fácil compara-los com outros e obter resultados com alta precisão (MORADABADI et al., 2014).

Estudos anteriores sobre o condicionamento com ácido fluorídrico (BOTTINO et al., 2015; LEITE et al., 2013; VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014) afirmam que este ataca selectivamente a fase vítrea do material cerâmico, alterando a sua topografia de superfície, que por sua vez proporciona sítios para interligação mecânica entre o cimento e a resina de cerâmica. Além disso, aumenta a energia de superfície da cerâmica, aumentando o seu potencial adesivo (BOTTINO et al., 2015). No entanto, não há informações disponíveis sobre a duração desse condicionamento em uma cerâmica Y-TZP vitrificada. O tempo de condicionamento com o HF, assim como em um estudo anterior, aplicado, porém, em uma cerâmica naturalmente vítrea (LEITE et al., 2013), revelou não possuir significância estatística nos resultados de resistência de união da cerâmica com um cimento resinoso.

Os testes de imagens, perfilometria (Figuras 18, 20 e 22) e MEV (Figuras 26 a 37), demonstraram que a camada de *glaze* remanescente após a utilização do HF além de delgada, não foi uniforme, o que não favorece a união química e mecânica idealmente objetivada com a vitrificação e pode justificar os resultados de resistência de união obtidos. Por meio desses testes, verificou-se que o condicionamento com HF a 10% da superfície vitrificada remove de maneira irregular uma parte considerável do *glaze* aplicado na superfície da cerâmica Y-TZP, deixando apenas “ilhas de *glaze*” e grandes regiões sem conteúdo vítreo sobre a zircônia, sendo essa remoção proporcional ao tempo de aplicação do HF.

Os resultados do modo de falha, observados pelo estereomicroscópio, após o cisalhamento, indicaram que independentemente dos grupos, experimentais ou controle, as falhas foram todas adesivas, deixando o bloco de zircônia livre do sistema adesivo utilizado na cimentação (CAVALCANTI et al., 2009). Clinicamente esse tipo de falha implicaria no descolamento da coroa (ANAMI et al., 2015). Esse achado, também observado em outros estudos (GOTTI et al., 2011; KIM et al., 2011; ÖZCAN e YETKINER, 2016), indica que o sistema adesivo, mesmo na presença do MDP, não foi capaz de promover uma boa resistência de união a cerâmica Y-TZP testada (CAVALCANTI et al., 2009; GOTTI et al., 2011; MARTINS

et al., 2015). Essas falhas podem estar associadas a diversos fatores: diferença de coeficiente de expansão térmica entre os materiais, técnicas de processamento, transformação de fases e fatores relativos ao sistema adesivo utilizado (ANAMI et al., 2015). Na composição química do SBU, estão o MDP, dimetacrilato, metacrilato de 2-hidroxietilo, copolímero Vitrebond, etanol, água, iniciadores e silano. Porém, a mistura destes constituintes em um mesmo frasco, contendo uma maior quantidade de solventes, pode dificultar a adesão entre cimento resinoso e cerâmica, pois eles reagem de forma diferente em cada substrato (ALVES et al., 2016). Além disso, Kim et al. (2015) afirmam que a incorporação do silano no adesivo universal parece ser ineficaz e que o MDP presente nesse adesivo universal pode impedir a interação química ideal entre silano e cerâmica, devido à tendência para a hidrólise prematura em um ambiente ácido. Portanto, alguns autores sugerem (ALVES et al., 2016; KIM et al., 2015; MARTINS et al., 2015), que sistemas que possuem *primer* metálico e silano, em frascos separados, promovem uma melhor união química entre a camada vítrea e o cimento resinoso, direcionando o esforço para a camada de cimento resinoso.

Contudo, foi possível observar por meio de EDS em uma região que possuía *glaze* remanescente após o condicionamento com HF a 10% por 60s, que nessa área a presença de conteúdo de sílica é alto (37,9%). Portanto, a aplicação e, mais importante, a manutenção dessa camada vítrea sobre a superfície da cerâmica Y-TZP parece ser um caminho promissor para a cimentação adesiva da zircônia. Portanto, novos protocolos ainda devem ser avaliados, como a aplicação de uma dupla ou tripla camada de *glaze* sobre a superfície da cerâmica, ou ainda, a utilização do *glaze* pó/líquido pela técnica do pincel, para que desta maneira obtenha-se uma maior padronização da aplicação da camada de *glaze*, o que não é garantido com a aplicação do spray.

7 CONCLUSÃO

O resultado desse estudo demonstrou que a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP vitrificada e um sistema adesivo com MDP não é influenciada por diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico.

REFERÊNCIAS

- ALVES, M.; et al. Effect of Adhesive Cementation Strategies on the Bonding of Y-TZP to Human Dentin. **Oper Dent.**, v. 41, n. 1, p. 000-000. 2016.
- AMARAL, M.; et al. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. **J Dent.**, v. 42, n. 1, p. 90-98, jan. 2014a.
- AMARAL, R.; et al. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns after long-term aging: Effect of the core substrate and crown surface conditioning. **Operative Dentistry**, v. 39, n. 6, p. 619-626, nov./dez. 2014b.
- ANAMI, L. C.; et al. Finite element analysis of the influence of geometry and design of zirconia crowns on stress distribution. **J Prosthodont.**, v. 24, n. 2, p. 146-151, fev. 2015a.
- ANAMI, L. C.; et al. Fatigue Resistance of Y-TZP/Porcelain Crowns is Not Influenced by the Conditioning of the Intaglio Surface. **Oper Dent.**, v. 40, n. 6, p. 1-12, ago, 2015b.
- ATTIA, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. **J. Appl. Oral Sci.**, Bauru, v. 19, n. 4, ago, 2011.
- BOTTINO, M. A.; et al. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. **Oper Dent.**, v. 40, n. 2, p. E40-6, mar./abr. 2015.
- CASSONI, A.; et al. Thermal effects on zirconia substrate after Er,Cr:YSGG irradiation. **Rev. Odontol. UNESP**, Araraquara, v. 42, n. 6, p. 439-443, dez. 2013.
- CALVALCANTI, A. N.; et al. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Oper Dent.**, v. 35, n. 3, p. 280-287, maio/jun. 2009.
- FEITOSA, S. A.; et al. Effect of cleansing methods on saliva-contaminated zirconia: an evaluation of resin bond durability. **Oper Dent.**, v. 40, n. 2, p. 163-171, mar./abr. 2015.
- GARGAVA, S.; RAM, S. M. Evaluation of Surface Conditioning of Zirconia and Its Effect on Bonding to Resin-Luting Agent. **Journal of Contemporary Dentistry**, n. 3, v. 1, p. 7-10, jan./abr. 2013.
- GOTTI, V. B.; et al. Influence of ceramic primers on microshear bond strength between resin cements and zirconia-based ceramic. **Braz J Oral Sci.**, v. 10, n. 1, p. 124-129, abr./jun. 2011.
- INOKOSHI, M.; et al. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. **J Dent.**, v. 41, n. 2, p. 170-9, fev. 2013.

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.

KIM, R. J. Y.; et al. Performance of universal adhesives on bonding to leucite-reinforced ceramic. **Biomater Res.**, v. 18, n. 11, p. 2-6, maio. 2015.

LEITE, F. P.; et al. Effect of the Etching Duration and Ultrasonic Cleaning on Microtensile Bond Strength Between Feldspathic Ceramic and Resin Cement. **The Journal of Adhesion**, v. 89, n. 3, p. 159-173, mar. 2013.

LÜTHY, H.; LOEFFEL, O.; HAMMERLE, C. H. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. **Dent Mater.**, v. 22, n. 2, p. 195-200, fev. 2006.

MARTINS, A. R. M.; et al. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic with an alternative surface treatment. **Braz. oral res.**, São Paulo, v. 29, n. 1, p. 1-7, mar. 2015.

MELO, R. M.; et al. Surface Treatments of Zirconia to Enhance Bonding Durability. **Oper Dent.**, v. 40, n. 5, p. 1-8, jul. 2015.

MORADABADI, A.; et al. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.**, v. 1. N. 34, p. 311-317, jan. 2014.

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

OLIVEIRA, P. C. Surface of zirconia after use silica coating / Erbium Laser: YAG. **J Health Sci Inst.**, v. 32, n. 4, p. 380-384, dez. 2014.

ÖZCAN, M. Airborne Particle Abrasion of Zirconia Fixed Dental Prostheses. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 26. n. 6, p. 359-362, nov./dez. 2014.

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

ÖZCAN, M.; YETKINER, E. Could readily silanized silica particles substitute silica coating and silanization in conditioning zirconium dioxide for resin adhesion? **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 30, n.2, p. 186-193, 2016.

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

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

SARMENTO, H. R.; et al. Influence of air-particle deposition protocols on the surface topography and adhesion of resin cement to zirconia. **Acta Odontol Scand.**, v. 72, n. 5, p. 346-53, jul. 2014.

SOUZA, R. O. A., et al. 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. 155-163, maio. 2013.

TANIS, M. C.; AKAY, C.; KARAKI, D. Resin cementation of zirconia ceramics with different bonding agents. **Biotechnology & Biotechnological Equipment**, n. 29, v. 2, p. 363-367, jan. 2015.

USUMEZ, A.; et al. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. **Lasers Med Sci.**, v. 28, n. 1, p. 255-266, jan. 2013.

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

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, jul. 2010.