

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA**

NATÁLIA VELOSO MALTA

**INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE APLICAÇÃO DO GLAZE E DE SUA
ASSOCIAÇÃO AO ÁCIDO FLUORÍDRICO NA SUPERFÍCIE DE UMA CERÂMICA
Y-TZP**

**JUIZ DE FORA
2016**

NATÁLIA VELOSO MALTA

**INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE APLICAÇÃO DO GLAZE E DE SUA
ASSOCIAÇÃO AO ÁCIDO FLUORÍDRICO NA SUPERFÍCIE DE UMA CERÂMICA
Y-TZP**

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 Pessôa Pereira Leite

JUIZ DE FORA

2016

NATÁLIA VELOSO MALTA

**INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE APLICAÇÃO DO GLAZE E DE SUA
ASSOCIAÇÃO AO ÁCIDO FLUORÍDRICO NA SUPERFÍCIE DE UMA CERÂMICA
Y-TZP**

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

Aprovado em ____ de _____ de 2016

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. Dr^a. Fabíola Pessôa Pereira Leite
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Rafael Barroso Pazzinato
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza
Universidade Federal do Rio Grande do Norte

NATÁLIA VELOSO MALTA

**INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE APLICAÇÃO DO GLAZE E DE SUA
ASSOCIAÇÃO AO ÁCIDO FLUORÍDRICO NA SUPERFÍCIE DE UMA
CERÂMICA Y-TZP**

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 09/06/16

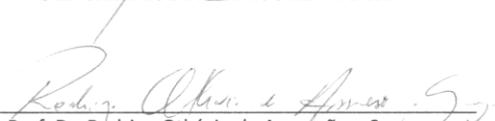
BANCA EXAMINADORA



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



Prof. Dr. Rafael Barroso Pazzinato
Universidade Federal de Juiz de Fora



Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza
Universidade Federal do Rio Grande do Norte

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, Aloisio e Mary Estela, exemplos de pessoas que desejo seguir. Obrigada por sempre me apoiarem, incondicionalmente! Não existem palavras suficientes para agradecê-los! Espero sempre orgulhar vocês e ser digna de tudo que já fizeram por mim!

Aos meus irmãos, Bernardo e Eduardo, cada um a seu modo, sei que estão sempre me protegendo! Amo vocês!

Às minhas querida avós, Vera e Mariana, cujos ensinamentos sempre me guiaram, exemplos de serenidade e amor!

A todos os meus tios(as) e primos(as), verdadeiros amigos de todas as horas e motivos de risadas constantes!

A todas minhas amigas, obrigada por tornarem a minha jornada mais leve!

AGRADECIMENTO

À professora Fabíola Leite, minha orientadora, pelo carinho e incentivo! Obrigada por me guiar nessa jornada com tanto empenho! Todos os seus conselhos foram essenciais!

Ao Jean, muito mais que um colega do mestrado, um amigo que quero levar para a vida toda! Obrigada pela parceria! Sua presença foi essencial em cada etapa dessa jornada! Sei que posso sempre contar com você!! E a recíproca é verdadeira!

A Cristina, que sempre foi uma amiga querida, e durante o mestrado se mostrou ainda mais companheira! Valeu Poca! Sei que vamos alcançar todos os nossos sonhos!

A todos os colegas de mestrado, foi incrível conhecer cada um de vocês!

Ao Ronaldinho, peça fundamental na confecção desse estudo! Obrigada pela paciência e pela dedicação a esse trabalho! Sem você não teria sido possível!

Ao Rodrigo Furtado de Carvalho, pela completa disposição em ajudar!

À Amanda, Aline e Karen, que sempre me receberam com carinho em São José dos Campos!

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

Ao professor Rodrigo Othávio e ao Professor Rafael Pazzinato, membros da banca, obrigada pela disposição em me ajudar!

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), em São José dos Campos, e ao professor João Paulo Machado, pela imensa ajuda na realização das análises complementares deste estudo. Obrigada pela dedicação e solicitude.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora e a todos os envolvidos no Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica.

“Vá firme na direção da sua meta.....o pensamento cria, o desejo atrai e a fé realiza!”

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar, a influência de duas diferentes técnicas de aplicação de glaze (pincél e spray) sobre a morfologia de superfície de uma cerâmica Y-TZP (IPS e.maxR[®]ZirCAD (IvoclarVivadent) antes e após a aplicação do ácido fluorídrico. Foram confeccionados 20 corpos de prova a partir de 4 blocos cerâmicos de zircônia parcialmente estabilizada por ítria pré-sinterizados, que foram divididos em 5 grupos (n=4) de acordo com o tratamento de superfície recebido: C= controle (nenhum tratamento de superfície); S: glaze spray VITA AKZENT(Vita Zanhfabrik)P/L: glaze pó/líquido VITA AKZENT (Vita Zanhfabrik,) S+HF: S + condicionamento com ácido fluorídrico 10% (HF)(FGM) (1min); P/L + HF: P/L + condicionamento com HF 10% (1min). As amostras foram então submetidas aos seguintes testes: 1) goniometria, para análise do ângulo de contato e da energia de superfície; 2) análise dos dados de rugosidade (Ra) por meio de um perfilômetro óptico digital; 3) identificação das fases cristalinas do material pela Difractometria de Raios X; 4) análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico por Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS); 5) análise da superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados demonstraram que: 1) a superfície das amostras tratadas com o glaze pó/líquido foram as que apresentaram uma camada mais espessa de glaze, com superfícies menos rugosas; 2) o grupo que recebeu o tratamento com o glaze pó/líquido foi o que apresentou a maior energia de superfície (69,83mN/m), e os demais grupos apresentaram elevados valores de ângulos de contato; 3) o tratamento térmico de vitrificação não causou alterações de fases na estrutura da zircônia; 4) As imagens de perfilometria e MEV revelaram um padrão irregular de disposição do *glaze* após o condicionamento com HF 10%, e um alto conteúdo de sílica foi observado somente nos grupos P/L e P/L + HF. O estudo concluiu que a utilização do *glaze* pó/líquido pela técnica do pincel promoveu uma maior padronização da camada de *glaze* e foi método de tratamento de superfície que apresentou uma maior energia de superfície e um maior conteúdo vítreo. Pelas imagens de microscopia, pode-se observar que a aplicação do ácido fluorídrico a 10% criou microretenções sobre a camada de glaze pó-líquido que podem favorecer a adesão a esta superfície.

Palavras-chaves: Zircônia Y-TZP. Vitrificação. Glaze. Tratamento de superfície.

ABSTRACT

The present study evaluated qualitatively the influence of two different types of glaze (brush and spray) on the surface of Y-TZP ceramics (IPS e.maxR® ZirCAD (IvoclarVivadent,) before and after use of hydrofluoric acid. Twenty specimens were made from 4 zirconia ceramic blocks partially stabilized by pre-sintered yttria, which were divided into 5 groups (n=5) according to the surface treatment received: C = Zirconia (control) (no surface treatment); S: glaze spray VITA AKZENT; P/L: glaze powder/liquid VITA AKZENT, S+HF: S + etching with hydrofluoric acid 10% (HF)(FGM) (1min); P/L + HF: P/L + etching with HF 10% (1min). Samples were then subjected to the following tests: 1) Goniometry for analysis of the contact angle and the surface energy ; 2) Analysis of roughness data (Ra) by means of a digital optical profilometer; 3) Identification of the crystalline phases of the material by X-ray diffraction; 4) Analysis of the chemical elements present in the ceramic material by microscopy and energy dispersive spectrometry (EDS); 5) analysis of the surface after each surface treatment by means of scanning electron microscopy (SEM). Partial results showed that: 1) The surface of the samples treated with glaze powder/liquid showed a thicker layer of glaze with less rough surfaces; 2) the group receiving treatment with glaze powder/liquid presented higher surface energy (69,83mN/m), while the other groups showed high values of contact angles; 3) thermal treatment of vitrification did not change the phases of zirconia surface; 4) The SEM and profilometry images revealed a glaze irregular pattern layout after etching with 10% HF, and a high silica content was observed only in GP / L and GP / L + HF groups. The study concluded that use of the glaze powder / liquid by brush technique promoted a greater standardization of the glaze layer and this surface treatment method was the one that showed a higher surface energy and a higher glassy content. For microscopy images, it can be seen that the application of hydrofluoric acid 10% created micro retentions on the glaze powder-liquid layer that can promote adhesion to this surface.

Keywords: Zirconia Y-TZP. Vitrification. Glaze. Surface treatment

LISTRA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 – Amostras sinterizadas de cerâmica Y-TZP (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar-Vivadent)	36
Figura 02 – Glaze Spray Vita Akzent.....	38
Figura 03 – Glaze pó/líquido Vita Akzent	38
Figura 04 – Forno VITA VACUMAT 6000 MP	39
Figura 05 – Goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00).....	40
Figura 06 – Microscópio de baixa potência do Goniômetro.....	40
Figura 07 – Gota que é observada como uma silhueta	41
Figura 08 - Perfilômetro Óptico Digital (LAS-INPE)	42
Figura 09 – Difratômetro de raio-X (LAS-INPE).....	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos	35
Tabela 02 – Apresentação e descrição dos grupos do estudo	36

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	13
1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	15
2 PROPOSIÇÃO	34
3 METODOLOGIA	35
3.1 MATERIAIS UTILIZADOS	35
3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS	35
3.3 MEDIDA DA ENERGIA DE SUPERFÍCIE:	39
3.4 PERFILOMETRIA	41
3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X	42
3.6 ESPECTROMETRIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	43
3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	44
4 ARTIGO	45
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	69
REFERÊNCIAS	70

INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são classificadas quanto à composição química (feldspáticas; vitrocerâmicas como a dissilicato de lítio; cerâmicas compostas; policristalinas como as cerâmicas à base de zircônia estabilizadas por ítria (Y-TZP) e cerâmicas infiltradas por polímeros) e de acordo com o tipo de processamento laboratorial (prensagem, *slip-cast*, estratificação e fresagem) (LIN et al., 2012; MIYASHITA, PELLIZZER e KIMPARA, 2014).

O uso crescente de cerâmicas densamente sinterizadas, como as à base de zircônia estabilizadas por ítria (Y-TZP) ocorre devido às suas excelentes propriedades, tais como: biocompatibilidade, alta resistência à flexão e a fratura e elevada tenacidade. Estas cerâmicas de alta resistência apresentam uma grande versatilidade de indicação podendo ser usadas para restaurações unitárias, próteses fixas extensas, prótese tipo protocolo e pilares cerâmicos (MORADABADI et al., 2014; CANDIDO et al., 2014).

O sucesso clínico de reabilitações protéticas totalmente cerâmicas depende de muitos fatores sendo um deles o processo de cimentação. A aplicação de cimentos resinosos traz vantagens como selamento marginal, aumento da retenção e da resistência à fratura de restaurações e ou peças cerâmicas. Além disso, o sucesso clínico das restaurações parciais fixas em cerâmica requer estabelecimento de uma união adesiva que seja forte e estável (CARVALHO, GIANNINI, CAVALCANTI, 2012; OZCAN e BERNASCONI, 2015; KIRMALI et al., 2015).

A cimentação das cerâmicas ácido-resistentes como a de zircônia não possui a previsibilidade da cimentação de cerâmicas vítreas, pois nesse tipo cerâmico o condicionamento com ácido fluorídrico não é eficiente como nas cerâmicas ácido-sensíveis (DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011; BOTINO et al., 2014; BOTTINO et al., 2015). Sendo assim, há algumas opções de tratamento da superfície para este material cerâmico, cujo objetivo é promover micro retenções e/ou tornar a superfície reativa quimicamente para a união adesiva (DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011; VANDERLEI, 2011; AMARAL et al., 2014), como: jateamento com partículas de óxido de alumínio, irradiação com laser de Er:YAG (CARVALHO, GIANNINI e CAVALCANTI, 2012; BARBOSA et al., 2011), jateamento com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica (Cojet, Rocatec®) associado ao emprego de silano e cimento resinoso com MDP (metacrilóxidecil

di-hidrogênio fosfato) (CAVALCANTI et al., 2009; PAPIA et al., 2013), primer para zircônia (BARBOSA et al., 2011; DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011; BEHR et al., 2011; URAL et al., 2011; CURA et al., 2012; GIANNINI et al., 2012; AMARAL et al., 2013; HAN et al., 2013; MAEDA et al., 2014; OZCAN e BERNASCONI, 2015), condicionamento por infiltração seletiva (ABOUSHLIB, KLEVERLAAN, FEILZER, 2007) e pulverização de plasma (PAPIA et al., 2013).

Alguns estudos observaram efeitos deletérios do jateamento na resistência mecânica de cerâmicas Y-TZP, em função do desenvolvimento de microtrincas prematuras podendo provocar possíveis fraturas catastróficas das restaurações (TURP et al., 2013; OZCAN, 2014; OZCAN e BERNASCONI, 2015). Giannini e colaboradores, em 2012 afirmaram que o efeito de primers sobre a resistência adesiva é limitado visto que a aplicação deste não aumentou a resistência de união dos cimentos resinosos à zircônia e o armazenamento em água por seis meses reduziu a resistência de união à zircônia para dois tipos de cimentos com MDP. O estudo de Aboushelib et al., (2009) mostrou que os primers para zircônia produziram inicialmente um aumento na resistência de união, no entanto foram reduzidos significativamente após o armazenamento em água, pois são moléculas hidrofílicas.

Os procedimentos de jateamento e os parâmetros de deposição a ele relacionados podem provocar na zircônia a transformação de fase de tetragonal para monoclinica, o que pode ser prejudicial para a durabilidade desta cerâmica (MOTA, 2014). Assim, a utilização de outros métodos de tratamento de superfície para este tipo de cerâmica tem sido sugerida, como aplicação de uma camada de glaze (CURA et al., 2012; EVERSON et al., 2012; ANTUNES, 2014; PEREIRA et al., 2015). A modificação da superfície da cerâmica Y-TZP via vitrificação consiste na aplicação de um fino filme de glaze de porcelana de baixa-fusão que pode ser seletivamente condicionado, de forma similar ao mecanismo de adesão das cerâmicas feldspáticas.

Existem duas formas de aplicação do glaze que são utilizadas para o processo de vitrificação: spray ou pincel. Em ambas as formas é aplicada uma camada de glaze sobre a superfície cerâmica que em seguida será levada ao forno para sinterização. Estudos demonstram resultados promissores na força de adesão da cerâmica Y-TZP ao cimento resinoso após a superfície cerâmica ser glazeada e submetida à abrasão com partículas de óxido de alumínio e silanização, ou condicionada com ácido hidrofúorídrico após a aplicação do glaze (VANDERLEI,

BOTTINO e VALANDRO, 2014; ANTUNES, 2014), podendo essa superfície ser posteriormente silanizada, o que torna a mesma micro retentiva e reativa quimicamente, semelhante a superfície de uma cerâmica vítrea. Estas retenções micromecânicas são pré-requisitos para o estabelecimento de uma união forte, estável e durável do cimento resinoso ao substrato desta cerâmica (VANDERLEI, ALESKA DIAS, 2011; BOTTINO et al., 2014; ANTUNES, 2014; BOTTINO et al., 2015).

Entretanto, uma questão controversa ainda requer uma resposta: como se comporta a camada de glaze sobre a superfície vitrificada após o condicionamento com ácido fluorídrico? Além disso, qual seria a influência do método de aplicação do glaze (spray e pincél) e do condicionamento ácido sobre a superfície vitrificada. Diante disto, faz-se necessário responder a tais questionamentos para se poder estabelecer um protocolo de vitrificação que proporcione estabilidade e durabilidade da cimentação de peças protéticas com cerâmicas Y-TZP.

1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

No estudo de Deville et al., em 2005, os autores observaram que a técnica de DRX tradicionalmente utilizada para seguir quantitativamente a propagação de transformação de fase possui limitações. Nenhuma informação precisa pode ser obtida nos primeiros estágios de transformação, a precisão de medidas foi limitada pela taxa de ruído, especialmente na baixa taxa de transformação. Também há a possibilidade de haver variação nos resultados pela varredura do DRX em função da região em uma mesma amostra. Por estas razões, não foi possível obter-se uma informação precisa de DRX em frações de transformação menores que 5%, que são os primeiros estágios de transformação. Além disso, o raio-X incide somente na camada superficial não ultrapassando mais que alguns microns do topo. A informação providenciada do DRX é relacionada com a superfície e não com a infraestrutura da amostra levando à uma saturação aparente de transformação. Assim, quando a camada transformada é mais profunda que a profundidade de penetração de raio-X, o envelhecimento não pode mais ser acompanhado pelo DRX. Porém o DRX é um método não destrutivo e pode ser utilizado como primeiro passo para investigar a sensibilidade ao envelhecimento em qualquer grupo de zircônia.

Bona et al. (2007) realizou uma pesquisa com o objetivo de avaliar a resistência à tração (σ_t) e a resistência ao cisalhamento (σ_s) de uma cerâmica a base de alumina reforçada com zircônia (IZ) para um material de resina composta, testando a hipótese de que o revestimento de sílica (SC) produz maiores valores de resistência do que outros tratamentos de superfície de cerâmica, tais como o condicionamento ácido (HF) e jateamento com óxido de alumínio (SB). Espécimes em forma de disco de Vita In-Ceram Zirconia (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) foram fabricados seguindo as instruções do fabricante e uma superfície de cada disco foi polido através de 1 micrometro de pasta diamantada. Os discos foram embebidos em resina acrílica usando anéis de metal a partir do sistema Bencotmulti-T (Danville Engineering Inc., San Ramon, CA, EUA), deixando a superfície polida da cerâmica para cima. Área adesiva dos espécimes foi limitada ($A = 3.5\text{mm}$ de diâmetro) e eles foram divididos em 3 grupos ($n = 20$) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: HF - ácido fluorídrico 9,5% (Ultradent porcelain etch, Ultradent Products Odontológicos, South Jordan, UT, EUA); SB - jateamento (Handiblaster, Chameleon Dental Products, Kansas City, KS, EUA); SC -

revestimento de sílica usando o sistema Cojet (Cojet, 3M-Espe, Seefeld, Alemanha). Após o tratamento, as superfícies cerâmicas foram lavadas com spray de ar/água por 30s (exceto para o grupo SC), secas ao ar e silano (Rely-X Ceramic Primer, 3M-Espe, St. Paul, MN, EUA) foi aplicado, permitindo tempo suficiente para evaporar. Cada amostra foi colocada na configuração Bencor multi-T para construir o cilindro de material composto de resina sobre a superfície cerâmica tratada. Em seguida, duas camadas consecutivas do adesivo (Single Bond, 3M-Espe, St. Paul, MN, EUA) foram aplicados, suavemente seco e fotopolimerizável (XL1500, 3M Dental Products), durante 10 s, com uma intensidade de luz de 400 mW / cm². A resina composta (Z100, 3M-Espe, St. Paul, MN, EUA) foi construída de forma incremental (2mm por camada) para encher o cilindro. Todos os incrementos de 2 mm foram fotopolimerizados por 40s. Metade dos espécimes de cada grupo (n = 10) foram testados para a resistência à tração (σ_t) e a outra metade (n = 10), por resistência ao cisalhamento (σ_s), seguindo as normas ISO 6872 e 11405. Ambos os testes foram realizados em uma máquina universal de ensaios (EMICDL 2000, Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA., São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) a uma velocidade de 1mm/min até a fratura. A carga de falha (F em N) foi registrada a média de tração e cisalhamento valores de resistência de união (em MPa) foram calculados ($\sigma = F / A$) e analisados estatisticamente usando ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). As superfícies cerâmicas fraturadas foram analisadas por microscopia de luz. Os resultados foram analisados estatisticamente por ANOVA e Tukey ($\alpha = 0,05$). Os valores médios e desvio padrão (MPa) para σ_t foram: HF - 3,5 ± 1,0a; SB - 7,6 ± 1,2b; SC - 10,4 ± 1,8c. Para σ_s , os resultados foram: HF - 10,4 ± 3,1A; SB - 13,9 ± 3,1B; SC - 21,6 ± 1,7C ($p < 0,05$). Esses resultados confirmaram a hipótese de estudo que silicatização da cerâmica produz valores médios de resistência de união maior para tração e de cisalhamento de resina composta do que os tratamentos HF e SB.

Aboushelib et al. (2008) avaliaram a resistência de união entre cimento resinoso (Panavia F 2.0) e uma cerâmica a base de Zircônia (Procera Zircônia, Nobel Biocare). Foram confeccionados discos de zircônia (19,5 mm x 3 mm) e divididos em duas condições experimentais: (1) controle “verdes”; (2) a superfície da cerâmica foi recoberta com vidro de baixa fusão (30% de Si, 13% de Ti, 8% de Al, 3% de K, 1% de Rb, 1% de Mg e o restante de O₂). Após, os espécimes foram aquecidos até 7500C para sinterização; Posteriormente, foram condicionados com

ácido fluorídrico 5% por 15 min. As superfícies de zircônia foram cobertas com um dos cinco primers experimentais especialmente feitos para zircônia, os quais ficaram reagindo na superfície por 3 min. Após, discos de resina (Tetric Ivo Ceram, IvoclarVivadent) foram cimentados na superfície cerâmica tratada utilizando cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2,0) e foi exercida uma carga de 20 N. Os conjuntos foram armazenados em água, em temperatura ambiente, por 24 h e, após, cortados sob refrigeração com auxílio da máquina Isomet 1000. Foi realizado o ensaio de microtração (Instron 6022). Os espécimes fraturados foram submetidos ao banho sônico e então avaliados em microscopia eletrônica de varredura (MEV). A combinação entre cobertura com vidro / condicionamento ácido e os primers experimentais de zircônia teve significativo aumento nos resultados de resistência de união (Primer 1: $31,2 \pm 4,4$; Primer 2: $32,4 \pm 3,9$; Primer 3: $28 \pm 2,2$; Primer 4: $40,6 \pm 5,8$; Primer 5: $32,6 \pm 2,9$ MPa, $P < 0,0001$) comparado com os grupos "verde" usando os mesmos primers (Primer 1: $3,1 \pm 2,4$; Primer 2: $2,9 \pm 2,8$; Primer 3: $2,8 \pm 2,7$; Primer 4: $2,6 \pm 3,1$; Primer 5: $2,9 \pm 3,1$ MPa, $P < 0,0001$). Análises em MEV revelaram que os tratamentos de cobertura com vidro / condicionamento ácido apresentaram nano retenções na superfície onde o primer experimental para zircônia penetrou, nesses grupos tivemos maiores resultados de resistência de união.

Em comparação aos sistemas cerâmicos convencionais, cerâmicas de zircônia tetragonal estabilizada com ítrio (Y-TZP) apresentam algumas propriedades mecânicas superiores, assegurando uma ampla aplicação clínica odontológica. Este estudo teve como objetivo apresentar informações relevantes sobre cerâmica Y-TZP a partir de artigos científicos. Foi feita uma pesquisa da literatura utilizando o banco de dados PubMed, entre 1998 e 2008. Foram excluídos os artigos que não se concentravam exclusivamente na aplicação clínica das restaurações cerâmicas Y-TZP. Os trabalhos selecionados descreveram as características principais da cerâmica de zircônia e características clínicas importantes, especialmente aquelas relacionadas aos procedimentos de cimentação. A literatura mostrou que, embora as novas substâncias e equipamentos para a preparação da superfície de cerâmica de zircônia estão em desenvolvimento, o protocolo de cimentação mais promissor pareceu ser a utilização de jateamento com partículas de óxido de alumínio (silanizados ou não), seguido da aplicação de cimentos resinosos ou iniciadores de superfície que contêm monômeros reativos especiais. No entanto, como a cerâmica de zircônia recentemente foram desenvolvidos para aplicações dentárias, ainda não

há evidência clínica suficiente para suportar qualquer protocolo de cimentação definitiva (CAVALCANTI et al., 2009).

Attia (2011) realizou um estudo com o objetivo de avaliar a influência de diferentes tipos de tratamento de superfície, agentes cimentantes e termo ciclagem sobre a resistência à microtração zircônia (μ TBS). Para tanto um total de 18 blocos de zircônia totalmente sinterizadas (5x5x4 mm), em dimensão foram utilizados. Cada bloco cerâmico foi duplicado. Blocos cerâmicos foram divididos em 3 grupos (n = 6) de acordo com os tratamentos de superfície: abrasão no ar de partículas (AA), de revestimento de sílica, (SC) (CoJet) e revestimento de sílica, seguido por aplicação do silano (SCSI) (ESPE Sil). Cada grupo foi dividido em três subgrupos (n = 2) de acordo com o agente cimentante utilizado. Cada bloco foi então colado com cola de cianoacrilato em uma base de metal que foi fixada a uma máquina de corte. Os cortes foram criados sob condição úmida. Três fatias de $1 \pm 0,1$ mm de espessura foram obtidas, sendo que outros três cortes adicionais foram feitos em cada fatia, gerando um total de nove amostras de barras não aparadas (10mm de comprimento e $1 \pm 0,1$ mm²). O exame microscópico revelou que apenas 15 espécimes de GISC grupo e 14 espécimes do grupo GISCSI estavam livres de microfissuras. Portanto, para a padronização dos grupos de teste, apenas 14 espécimes de cada subgrupo foram usadas para completa-lo. 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). Cada ciclo era composto de um minuto a 5°C num banho frio e um minuto no banho de 55°C a quente, com um tempo de espera de 30 segundos. As amostras foram secas e coladas em paralelo ao longo eixo de um paquímetro adaptado usando cola de cianoacrilato. Os espécimes foram carregados em tensão para falha a uma velocidade de 1mm/min. Valores resistência adesiva de microtração foram registrados para cada espécime em MPa. As análises estatísticas foram realizadas com o 3-way ANOVA seguido pelo modelo de série 1-way ANOVA e o teste de Turkey foi realizado para avaliar as significâncias estatísticas entre os grupos. As interfaces fraturadas dos espécimes descolados foram examinadas com um microscópio de luz para determinar o padrão de falha, que foi atribuído a falha coesiva no cimento resinoso ou resina composta, adesivo na interface cerâmica/cimento ou adesivos/modoscoesosmistos. Espécimes representativos para cada padrão de falha foram examinadas utilizando um

microscópio de varredura com uma voltagem de aceleração de 15 kV e uma distância de trabalho de 10mm. Considerando-se os três agentes cimentantes utilizados, Multilink Automixecimento resinoso 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 nos dois cimentos resinosos ($p = 0,37$). Considerando a condição de envelhecimento, o armazenamento de água durante 30 dias reduziu significativamente termo ciclagem a μ TBS comparado com 1 semana de armazenagem de água ($p < 0,05$). Grupos GISC e GISCSI foram descolados espontaneamente. Essas amostras de descolagem apresentaram um padrão de falha principalmente misto. Alguns espécimes mostraram falha adesiva e coesa. Após 30 dias de armazenamento em água e termociclagem, o padrão de falha foi principalmente adesivo com restos de cimento ainda aderindo com a superfície da cerâmica. Com isso chegou-se as seguintes conclusões: o revestimento de sílica e silano aplicação melhoraram significativamente a resistência à microtração em relação ao revestimento de sílica ou partículas de abrasão; não houve diferença significativa na resistência de união após o uso de adesivo autocondicionante do cimento resinoso ou do adesivo multipassos do cimento resinoso; e ambos cimentos resinosos aumentaram significativamente a resistência à microtração em comparação com CIVMR.

Não existe ainda um procedimento clínico estabelecido para a união entre zircônia e estrutura dentária usando cimentos resinosos. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de primers metálicos, cimentos resinosos e envelhecimento na união da zircônia. A zircônia foi tratada com primers comerciais desenvolvidos para a união de ligas metálicas (Metaltite, Metal Primer II, Alloy Primer ou Totalbond). Espécimes não-condicionadas foram consideradas como controle. Cem amostras em forma de disco (19 x 4 mm) foram cimentados aos substratos de resina composta utilizando Panavia ou RelyX Unicem ($n = 5$). Resistência de união à microtração foi testada nos espécimes após 48 horas e 5 meses (150 dias), e modos de falha foram classificados como tipo 1 (entre cerâmica/cimento), 2 (entre resina composta/cimento) ou 3 (misto). Os dados foram analisados por ANOVA 3-way e teste de múltipla comparação de Tukey ($\alpha = 0,05$). As interações primer/sistema de união ($P = 0,016$) e sistema de união/tempo de armazenamento ($P = 0,004$) foram estatisticamente significativas. A utilização do Alloy Primer melhorou significativamente a força de união de RelyX Unicem ($P < 0,001$), enquanto que para

o Panavia, nenhum dos primers aumentaram a resistência de união em comparação ao grupo controle. Às 48 horas o Panavia obteve resistência de união estatisticamente superior ($P = 0,004$) do que Unicem ($13,9 \pm 4.4\text{MPa}$ e $10,2 \pm 6.6\text{MPa}$, respectivamente). No entanto, ambos os sistemas de cimentação foram decrescentes, estatisticamente semelhantes os valores após o envelhecimento (Panavia: $3,6 \pm 2.2\text{MPa}$; Unicem: $6,1 \pm 5.3\text{MPa}$). Às 48 horas, Alloy Primer/Unicem teve a menor incidência do tipo de falha 1 (8%). Após o envelhecimento, todos os grupos mostraram uma predominância do tipo de falha 1. O uso de Alloy Primer melhorou a resistência de união entre RelyX Unicem e zircônia. Embora os valores iniciais obtidos com Panavia foram significativamente maiores do RelyX Unicem, após o envelhecimento, os dois cimentos apresentaram desempenho estatisticamente similares (DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011).

Vanderlei (2011) teve como objetivo em seu trabalho avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP na resistência de união, durabilidade e discrepância marginal. Para os testes de resistência adesiva, foram obtidos 144 corpos de prova (cp) da cerâmica VITA In-Ceram YZ for InLab ($5,25 \times 3,75 \times 4,5$ mm), que foram divididos em 6 grupos (G) ($n = 24$), conforme o tratamento de superfície: G1: sem tratamento (controle); G2: jateamento com partículas de alumínio revestidas por sílica (CoJet®-Sand, 3M ESPE AG) (silicatização); G3: vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT), condicionamento com ácido fluorídrico (HF) (1 min); G4: vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT), silicatização; G5: vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT), condicionamento com HF (1 min); G6: vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT), silicatização. Após todos os tratamentos, as superfícies foram silanizadas por 5 min (ESPE-SIL) e cimentadas com Panavia F (Kuraray). Metade dos espécimes de cada tratamento foi ensaiada 24h após cimentação (SECO), a outra metade foi submetida à armazenagem (150 dias) e termociclagem ($12.000x$) (TC), e então realizado o ensaio de cisalhamento (1 mm/min). G7: G1+TC; G8: G2+TC; G9: G3+TC; G-10: G4+TC; G11: G5+TC; G12: G6+TC. Superfícies tratadas foram analisadas por perfilometria óptica 3D para obtenção dos dados de rugosidade (R_a) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) ($1000x$). Análise por energia dispersiva de raio-X (EDS) foi realizada para determinar os elementos químicos presentes na superfície de cada grupo. Para a análise de adaptação marginal foram confeccionadas 60 infra-estruturas (adaptadas em um troquel metálico) nas quais foram realizados os mesmos tratamentos de

superfície. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente. Constatou-se que tanto na condição Seco como na condição TC os grupos que receberam tratamento de superfície via vitrificação (vitrificação 1 e vitrificação 2) apresentaram mais alta resistência de união comparada ao grupo controle. As maiores discrepâncias marginais foram observadas nos grupos que receberam Vitrificação ($117,36 \pm 29,61$ a $105,78 \pm 12,23 \mu\text{m}$) comparados aos demais grupos ($55,29 \pm 8,71$ e $55,04 \pm 8,55$). O novo tratamento de superfície proposto modificou a morfologia da cerâmica Y-TZP melhorando sua adesão ao cimento resinoso. A discrepância marginal aumentou com o novo tratamento de superfície.

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio (Y-TZP) é uma nova classe de cerâmicas odontológicas que vem sendo amplamente utilizada na área da prótese e implantodontia. Apesar de ter melhores propriedades mecânicas, importantes para um desempenho a longo prazo de um material cerâmico, o sucesso clínico e longevidade das próteses fixas em cerâmica parece estar fortemente dependente do processo de cimentação. Para a cimentação resinosa as cerâmicas Y-TZP necessitam previamente de um tratamento de superfície. Pensando nisso, o presente estudo avaliou in vitro o efeito de diferentes tratamentos de superfície (jateamento com partículas de óxido de alumínio e irradiação com laser de Er:YAG) e da aplicação prévia dos sistemas adesivos na superfície da peça, sobre a resistência de união do cimento resinoso à cerâmica Y-TZP, avaliada imediatamente ou após 6 meses de armazenamento em água. Quarenta placas de cerâmica foram distribuídas em quatro grupos experimentais ($n = 10$) de acordo com a combinação entre tratamento de superfície (jateamento ou irradiação com laser de Er:YAG) e aplicação de dois diferentes tipos de sistema adesivo (Scotchbond Multi Purpose - catalisador e Single Bond 2) sobre a peça previamente à inserção do cimento resinoso. Após o tratamento da cerâmica, cilindros de cimento resinoso foram construídos, utilizando matrizes com $0,8 \times 1 \text{ mm}$ (diâmetro x altura). Em cada grupo experimental, 5 corpos de prova foram submetidos ao ensaio de microcisalhamento após 24h, e os outros 5 foram testados após 6 meses em armazenamento em água. Independentemente do adesivo e do tempo, as maiores médias foram obtidas nos grupos submetidos ao jateamento. Não foram detectadas diferenças significativas entre os sistemas adesivos e nem entre os tempos. Pode-se concluir que o jateamento e o uso do agente adesivo quimicamente ativado sobre a

peça podem melhorar a união à zircônia (CARVALHO, GIANNINI e CAVALCANTI, 2012).

Lin e colaboradores (2012) compararam o efeito das porcelanas de recobrimento (espécimes monolíticas e bicamadas) e as técnicas de fabricação de *copings* (prensada ou CAD/CAM) quanto à resistência à flexão biaxial e ao módulo de Weibull das cerâmicas vítreas reforçadas com leucita e dissilicato de lítio. Em adição, o efeito das técnicas de recobrimento (cobertura prensada ou pó/líquido) dessas cerâmicas também foi estudado. Cinco cerâmicas (IPS Empress Esthetic, IPS Empress CAD, IPS Emax Press, IPS Emax CAD, IPS Emax ZirCAD – Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein) e três porcelanas de cobertura correspondentes (IPS Empress Esthetic Veneer, IPS Emax Ceram, IPS Emax ZirPress - Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein) foram selecionados para este estudo. Cada grupo dos materiais para coping continha três subgrupos de acordo com a espessura do *coping* e presença das porcelanas de cobertura correspondentes: 1) 1,5mm do *coping* somente (subgrupo 1.5 C), 2) 0,8mm do *coping* somente (0,8 C subgrupo) e 1,5mm *coping* / cerâmica de cobertura: 0,8mm *coping* com 0,7mm de porcelana de recobrimento pela técnica de estratificação pó / líquido (subgrupo 0,8 C - 0.7 Ce). O grupo ZirCAD teve um subgrupo adicional 1,5mm mm *coping* / cobertura com 0,7 mm de porcelana de recobrimento prensada (subgrupo 0,8 C - 0,7 Cp). A resistência à flexão biaxial ($V = 0,5\text{mm/mim}$) foi comparada para cada subgrupo ($n = 10$) de acordo com a norma ISO 6872:2008, ANOVA e teste comparação múltipla de Tukey post hoc ($p \leq 0,05$). Dentre os resultados encontrados, para todos os materiais de *coping*, subgrupos *coping* / cobertura, 1,5mm (0,8 C - 0.7 Ce, 0,8 C - 0,7 Cp) apresentaram média menor de resistência à flexão biaxial ($p < 0,0001$) comparado aos subgrupos 1,5 C e 0,8 C. Para o grupo ZirCAD o subgrupo 0,8 C - 0.7Ce, apresentou valores de resistência à flexão significativamente inferiores ($p = 0,004$) ao subgrupo 0,8 C- 0,7 Cp. No entanto, ambos os grupos ZirCAD com recobrimento, apresentaram melhor resistência à flexão em comparação ao Empress monolítico e aos grupos de Emax, independente da espessura do *coping* e da técnica de fabricação. Com relação as técnicas de fabricação, Empress Esthetic / CAD, Emax Press / CAD apresentaram valores de resistência à flexão biaxial semelhantes ($p = 0,28$ para Empress, $p = 0,87$ para Emax); no entanto, os grupos Emax CAD / Press exibiram maior resistência à flexão ($p < 0,0001$) quando comparados aos grupos Empress Esthetic / CAD. As amostras de *copings* monolíticos apresentaram maior

módulo de Weibull de todos os grupos selecionados. Para o grupo de ZirCAD, embora o subgrupo de bicamada 0,8 C - 0,7 C e tenha exibido valores de resistência à flexão significativamente menores, ele teve maior módulo de Weibull do que o subgrupo 0,8 C - 0,7 Cp. O estudo sugeriu que a cerâmica de recobrimento sobre o *coping* diminuiu a resistência à flexão e à confiabilidade de espécimes em bicamada. Copings de cerâmica vítrea reforçada com leucita revelaram menores valores de resistência do que os de dissilicato. A técnica de fabricação e a espessura da amostra não afetaram a resistência de nenhuma cerâmica vítrea. Comparada a técnica de recobrimento por prensagem, a técnica pó/líquido exibiu menor resistência à flexão, porém maior módulo de Weibull para os espécimes em bicamada. As cerâmicas de zircônia para o recobrimento exibiram resistência à flexão maior do que a cerâmica monolítica reforçada com leucita e dissilicato de lítio, independente das técnicas usadas.

Amaral e colaboradores, em 2014, desenvolveram uma pesquisa cujo objetivo foi avaliar o efeito de diferentes primers, adesivos, e os diferentes tratamentos de superfície na resistência de união da zircônia após envelhecimento térmico. A hipótese nula é de que nem tratamentos de superfície ou primers /adesivos influenciam a ligação com a zircônia. Para tanto, utilizou-se como substrato uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Vita In-Ceram YZ for inLab, VITA Zahnfabrik, Bad Sa'ckingen, Germany). 225 espécimes foram cortados em forma de barra foram cortados, limpos e sinterizados em um forno (EVA 1700; Linn High Therm, Eschenfelden, Germany) a 1530°C, por 2h, ficando com dimensões finais de 3mmX3mmX9,3mm. Noventa barras foram utilizadas como controle (estado sinterizado) e o mesmo número de barras receberam tratamento com abrasão de partículas de óxido de alumínio (Hasenfratz, Assling, Germany) de 35µm, a uma pressão de 2,8bar, por 7s, a 10mm de distância. Para ambos os grupos, foram testados 5 primers, que foram comparados à não aplicação de nenhum primer (n = 15): Z-Prime Plus (Bisco Inc.), AZ Primer (Shofu Inc.), Monobond Plus (Ivoclar Vivadent), Scotchbond Universal (3M ESPE) and an Experimental Adhesive (Voco). Para avaliar o efeito do revestimento por sílica um outro grupo (n = 15) foi submetido a abrasão a ar por partículas de sílica (grupos Rocatec and SilJet) e a estratificação por um glaze de porcelana. Os primeiros grupos que receberam revestimento de sílica receberam a aplicação de duas marcas comerciais diferentes: Rocatec Soft (3M ESPE) seguido da aplicação de silano (Porcelain Primer, Shofu Inc.); e Siljet

(Danville, San Ramon, USA) também seguido da aplicação de silano (S-Bond, Danville). A estratificação com o glaze de porcelana (Vita Akzent, Vita Zahnfabrik, Bad Sa'ckingen, Germany) foi feita em amostras adicionais (n = 15), com subsequente queima (900°C, 1min), tratamento com ácido hidrofúorídrico a 5% (Vita Ceramics etch, Vita Zahnfabrik), e silanização por 60s (Porcelain Primer, Shofu Inc.) Após a abrasão e a aplicação do glaze, e antes dos procedimentos de aplicação dos primers/adesivos e da cimentação todas as barras foram submetidas a banho ultrassônico (5 min, isopropanol 70%), e secos. Os valores de rugosidade foram mensurados através de um perfilômetro (Cyber SCAN CT 100, Cyber Technologies GmbH, Ingolstadt, Germany, (n = 5) nas seguintes condições: sinterizadas, tratadas com partículas de óxido de alumínio 35µm e com partículas de silício 30 µm, e cobertos com o glaze. Uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio (IPS e max Press, Ivoclar Vivadent) foi utilizada como material antagonista. Secções paralelas de 3mm de espessura foram obtidas, as superfícies foram tratadas com ácido hidrofúorídrico a 5% (Vita Ceramics etch, Vita Zahnfabrik) por 20s e silanizados por 60s com um primer universal (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent), de acordo com as recomendações do fabricante. Um agente de cimentação dual (Variolink II, Base + Catalyst, Ivoclar Vivadent) foi utilizado para o procedimento de cimentação. As barras de zircônia e as secções de cerâmica de sílica foram cimentadas perpendicularmente, e foram fotopolimerizadas por 40s em cada face com luz halógena (Elipar Trilight, 3M ESPE, 750 mW/cm²). Após a cimentação, os espécimes foram armazenados em água a 37°C por 24h e depois foram termicamente envelhecidos. As amostras foram imersas em água a 5 e 55 °C, com 30s de tempo de permanência em cada tanque, performando 2.500 ciclos. O teste de resistência de união foi realizado em uma máquina de testes universal (Z 2.5, Zwick, Ulm, Germany), com uma velocidade de 1mm/min. Os primers/adesivos foram comparados com e sem abrasão com partículas de óxido de alumínio com o Teste de Student's. A força de adesão de todos os grupos testados foram estatisticamente analisados com o teste de variância de Tukey. Todas as superfícies fraturadas foram analisadas por estereomicroscópio, e os padrões de fraturas significativas foram selecionadas para análise com microscopia eletrônica de varredura. Os modos de fratura foram categorizados em (1)fratura pré teste (durante a termociclagem), (2) falha adesiva na superfície da zircônia (cód: AD); (3) AD associado a fratura coesiva do cimento (cód: MX1); (4) AD associada à fratura

coesiva da cerâmica de dissilicato (cód: MX2); (5) falha coesiva do antagonista de dissilicato de lítio. Os resultados foram os seguintes: as amostras do grupo C não resistiram à termociclagem. Já os grupos CMP, CSU e CEA resistiram à termociclagem mas renderam baixos valores de resistência de união. Todos os primers apresentaram melhor performance adesiva após a abrasão com partículas de óxido de alumínio. O Siljet se apresentou semelhante ao Rocatec, ambos apresentando os melhores resultados de resistência de união, juntamente com SMP e SSU e CEA. G apresentou valores de resistência intermediários. O modo de falha foi predominantemente adesivo sobre a superfície da zircônia combinado com falha coesiva do agente de cimentação. O estudo conclui que adesivos universais (MP, SU, EA) podem ser considerados uma alternativa para adesão à zircônia, mas ainda assim a abrasão a ar é previamente requerida. Abrasão com partículas de sílica seguida da aplicação de silano também apresentaram elevados valores de força de adesão.

Em 2014, Bottino e colaboradores realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar duas estratégias de cimentação, envolvendo os cimentos resinosos Panafia F e Clearfill AS, duas técnicas de tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP, realizando a aplicação de uma porcelana de baixa fusão (glaze) e a silicatização, e ainda avaliar o efeito da termociclagem na força de adesão entre a zircônia e a dentina. Para tanto, 80 dentes molares humanos foram selecionados, limpos com curetas periodontais e armazenados em água destilada. Cada dente foi incluído 2mm apicalmente a junção cimento esmalte com uma resina acrílica autopolimerizável. Após, cada dente foi seccionado 3mm abaixo da superfície oclusal para expor a dentina coronal superficial. Essas superfícies foram então polidas com papéis de silicone de granulação 600, sob água corrente, com uma máquina de polimento. Antes dos procedimentos de cimentação os dentes foram numerados de 1 a 80 e oito seqüências aleatórias de 10 números foram gerados usando um programa de computador (Random Allocator). A seguir, cada um dos oito grupos, de 10 espécimes cada foi atribuído a uma das seguintes categorias: Tratamento de superfície da Y-TZP (Vi: aplicação do glaze de porcelana de baixa fusão [vitrificação] + ácido hidrofúorídrico + silanização ou Si: silicatização), estratégias de cimentação (PF: Panafia ou CC: Clearfill) e condição de armazenamento (sem envelhecimento e com envelhecimento): Si + PF; Si + PF + envelhecimento; Si + CC; Si + CC + envelhecimento; Vi + PF; Vi + PF +

envelhecimento; Vi + CC; Vi + CC + envelhecimento. Para preparação dos espécimes os blocos de cerâmica Vita in Ceram YZ2000 (VitaZahnfabrik, Bad Saßkingen, Germany) foram seccionados utilizando-se uma serra diamantada para produzir cubos menores (5X15X20 mm³). Uma broca foi utilizada para perfurar esses cubos perpendicularmente à superfície para produzir cilindros de zircônia pré-sinterizados (4,5mm de diâmetro e 5mm de espessura) que foram então sinterizados de acordo com as recomendações do fabricante (Vita Zyrcomat, Vita Zahnfabrik). As dimensões finais dos cilindros foram 3,4mm de diâmetro e 4mm de espessura. Em 50% dos cilindros de zircônia (n = 40) um glaze de porcelana de baixa fusão (Vita Akzent Glaze Spray, Vita Zahnfabrik) foi aplicado por um ou dois segundos na superfície de cimentação a uma distância de 10mm. Os espécimes condicionados foram então sinterizados (VACUMAT 40T) de acordo com as recomendações do fabricante. Então as superfícies glazeadas foram tratadas com ácido fluorídrico a 10% por 60s, lavados por 15s, secados e silanizados com um agente silano metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS). As amostras silanizadas foram deixadas de lado por 60s para aguardar a evaporação do solvente. O restante dos cilindros de zircônia (N = 40) foram tratados através de silicatização. Primeiro, as superfícies foram jateadas com partículas de sílica de alumínio de 30 µm (Rocatec Soft, 3M ESPE), com uma distância de 10mm e uma pressão de 2.8bar. Na seqüência, o agente de união silano MPS (Monobond S, Ivoclar Vivadent) foi aplicado da mesma forma descrita anteriormente. A superfície de cimentação dos espécimes foi definida por uma fita adesiva com um furo de 3,4mm de diâmetro para padronizar a área de cimentação e impedir o transbordamento do cimento resinoso. Para as amostras PF, o tratamento da dentina foi realizado da seguinte forma: quantidades iguais de primers A e b foram misturados, e essa mistura foi aplicada na superfície dentinária com um microbrush. Aplicou-se então um spray de ar e aguardou-se 1min para que a reação acontecesse. Para as amostras CC não foi necessário tratamento da superfície dentinária, pois o cimento é auto condicionante. Os cilindros foram colocados no topo da área delimitada pela a fita adesiva, e uma carga de 750g foi aplicada nos cilindros por 60s. Os excessos de cimento foram removidos e todas as faces foram fotoativadas utilizando-se um LED. (1200 mW/cm²), por 20s. Todos os espécimes foram armazenados por 24h em água destilada a 37°C. Metade deles foram submetidos ao teste de cisalhamento de resistência de união, e a outra metade foi envelhecida antes dos testes através de um protocolo de termociclagem

que consistiu de 500 ciclos de banhos alternados a 5 e 55°C por 30s cada com intervalos de dois segundos entre as imersões. O teste de cisalhamento de resistência de união foi realizado através de uma máquina de testes universal (EMIC DL 1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brazil) com uma velocidade de 0,5mm/min e um fio de aço com uma espessura de 0,4mm. O cilindro de ensaio foi alinhado com a célula de carga, e o aro de arame foi posicionado tão perto quanto possível da interface cerâmica / dentina e paralelo a direção da célula de carga (50 Kgf). O fio de aço foi então removido utilizando a máquina universal para realização do teste de cisalhamento. A resistência de união foi calculada através da fórmula $R=F/A$, onde R é a resistência de união, F é a carga necessária para a ruptura do espécime e A é a área de corte transversal do espécime. A análise de fratura foi feita através de um estereomicroscópio. As fraturas identificadas foram classificadas da seguinte forma: A= destacamento do cimento resinoso da dentina, B= destacamento da cerâmica do cimento resinoso, C= fratura da cerâmica sem falha adesiva, D= fratura da dentina, sem falha adesiva, E= área do cimento resinoso fraturado maior que a falha adesiva. Foi realizada também uma mensuração da espessura do glaze obtido pelo processo de vitrificação através da microscopia eletrônica de varredura. A resistência de união foi analisada através do teste de variância ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0.05$). Os espécimes que sofreram falhas pré testes (durante o processo de envelhecimento) foram incluídos na análise estatística com valor de resistência de união de 0 Mpa. O estudo realizado chegou as seguintes conclusões: 1- A resistência de união entre o cimento resinoso e a superfície da zircônia foi mais forte do que aquela entre a dentina e os cimentos, em função dos eficientes métodos de condicionamento realizados na superfície da zircônia Y-TZP, mesmo após longo armazenamento; 2- o cimento resinoso convencional contendo MDP demonstrou melhor performance adesiva do que o cimento resinoso auto condicionante; 3- a interface dentina/cimento aparenta ser a zona mais crítica desse sistema, 4- a aplicação de um fino filme de glaze de porcelana de baixa-fusão seguido do condicionamento com ácido fluorídrico e silanização parece ser um método promissor de tratamento de superfície, com o qual é possível melhorar a adesão entre a zircônia e o cimento resinoso. Entretanto, mais estudos são necessários para que isso se confirme.

Em 2014, Vanderlei, Bottino e Valandro desenvolveram um estudo cujo objetivo foi propor uma nova técnica de tratamento da superfície de cimentação de

cerâmicas Y-TZP (aplicação de uma camada vítrea) e comparar esse novo método a métodos rotineiramente usados para condicionamento das cerâmicas. A adaptação marginal de uma infra estrutura feita de cerâmica Y-TZP sob diferentes tipos de condicionamento também foi avaliada. As hipóteses foram as seguintes: O glazeamento da superfície da coroa Y-TZP melhoraria a adesão da cerâmica ao cimento resinoso; o armazenamento/ciclagem térmica degradaria as forças de ligação; o glaze não interferiria na adaptação marginal. Foram confeccionados blocos de cerâmica Y-TZP VITA In-Ceram 2000 YZ cubes for InLab) utilizando-se uma máquina de corte , resultando em 144 blocos (7X6X5 mm). Esses blocos foram sinterizados (ZYrcomat,-VITA Zahnfabrik Oven,), de acordo com as recomendações do fabricante, ficando os espécimes com dimensões finais de 5,25X2,75X4,5mm). As amostras foram polidas com lixas d'água em granulação decrescente (granulação 400,600 até 1200). Todos os espécimes foram submetidos a banho ultrassônico e por 5 min em água destilada e foram aleatoriamente divididos em 6 grupos de acordo com os tratamentos de superfície. Os espécimes foram então inseridos em resina acrílica quimicamente ativada para o teste de cisalhamento de resistência de união mantendo a superfície a ser submetida a adesão exposta. As amostras foram submetidas a outro banho ultrassônico em água destilada por 5min e então limpos com álcool. As 144 amostras foram alocadas em 6 grupo (n = 24) , da seguinte forma: 1) Grupo controle (CTRL): nenhum tratamento de superfície; 2) SIL: abrasão com partículas de sílica revestidas de óxido de alumínio (CoJett- Sand, 3M ESPE) através de um dispositivo de jateamento (Cojet-Prepe, 3M ESPE AG). A distância entre a superfície cerâmica e o dispositivo foi padronizada em 10mm e a inclinação foi de 45° (pressão de 2,5bar por 10s). 3) V1+HF: glaze de porcelana de baixa fusão (Glaze Spray VITA Akzent): o glaze spray foi aplicado duas vezes e sinterizado de acordo com as recomendações do fabricante. A superfície glazeada foi então tratada com ácido hidrófluorídrico a 9% (HF) por 1 min (Ultradent Porcelain Etch), enxaguada com spray de ar-água e secada. As amostras foram lavadas em banho ultrassônico (5min em água destilada). 4) V1+SIL: a superfície da Y-TZP foi glazeada como descrito no grupo V1+HF. A superfície foi então condicionada com revestimento de sílica com descrito no grupo SIL. 5) V2+HF: porcelana de baixa fusão (Glaze VITA Akzent, VITA Zahnfabrik). De acordo com as recomendações do fabricante, o glaze foi aplicado usando um pincél, seguido por sinterização. A superfície glazeada foi condicionada com HF a 9% por 1 min e enxaguada com jato

de ar-água, e secada. Finalmente, as amostras foram limpas em banho ultrassônico (5min em água destilada). 6) V2+SIL: a superfície foi glazeada como descrito no grupo V2+HF e condicionada com o método de abrasão por sílica, como descrito no grupo SIL. Após o condicionamento, todos os espécimes foram silanizados por 5min (ESPESIL silane, 3M/ESPE). O cimento resinoso (Panavia F 2.0, Kuraray Medical Inc,) foi aplicado utilizando-se uma seringa Centrix, dentro de uma matriz metálica (3,5mm de diâmetro X 2mm de altura) que foi posicionada sobre a superfície cerâmica. O cimento foi fotoativado por 40s (XL 3000, 3M/ESPE; light intensity=600 mW/cm²), e a matriz foi então removida. Para os testes de envelhecimento metade dos espécimes de cada tratamento foram testados 24h após a cimentação (condição seca) e a outra metade foi submetida a armazenamento (150 dias) e termociclagem (12000 ciclos, banhos de água a 5 °C e 55°C, de 30s cada, dois segundos de transferência), e então o teste de resistência de cisalhamento de união foi realizado em uma máquina de testes universal (EMICDL-1000, São José dos Pinhais, Brazil). Todos os espécimes que foram submetidos ao teste de cisalhamento foram observados sob um aumento de 50X-200X, através de um estereomicroscópio (Discovery V20) para observar o padrão de falha. Os espécimes com fraturas significativas foram selecionados para análise por microscopia e revestidos com ouro por pulverização (Denton Vacuum, DESK II) e observados sob microscopia eletrônica de varredura. Para análise qualitativa da superfície duas amostras de cada tratamento de superfície foram avaliadas sob microscopia eletrônica de varredura (JEOL JSM-6360, Tokyo, Japan) (aumento de 1000X), e sob um perfilômetro óptico digital (Wyko, Model NT 1100, Veeco, Tucson, USA), para análise da rugosidade (Ra). A mensuração dos valores de rugosidade foi realizada com um aumento de 20X em cinco áreas representativas de cada amostra. Os componentes presentes na superfície da cerâmica foram determinados por espectroscopia (EDS; JEOL JSM-6360), que foi realizada em duas áreas por amostra em cada grupo. A concentração de elementos foi calculada com base na concentração em massa dos elementos presentes em cada leitura. Para análise da adaptação marginal um molde de metal preparado em forma de coroa total foi utilizado. As impressões foram realizadas com silicone de adição (Elite HD Putty Soft Normal Setting and Light Body Normal Setting) através da técnica de dupla mistura. Utilizando-se o sistema Cerec 3D, 60 infraestruturas cerâmicas foram fabricadas (VITA In- Ceram YZ for InLab, VITA Zanhfabrik). A análise da discrepância marginal (distância vertical de um ponto

da margem da coroa até um ponto da margem do preparo) foi avaliada através de um microscópio óptico (Mitutoyo IM, 176-581A) com um aumento de 250X em 50 pontos ao longo das margens da infraestrutura. Os dados de resistência de união em condições secas e de envelhecimento foram separadamente submetidos a análise de variação ANOVA e ao teste de Tukey ($\alpha = 0.05$). Além disso, os grupos foram comparados 2-2 para elucidar o efeito isolado do armazenamento para cada tratamento de superfície, utilizando-se para tanto o teste de Student. Para comparar as seis condições experimentais sobre a discrepância marginal, os dados foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Kruskal-Wallis e Dunn. As análises estatísticas revelaram que os grupos tratados com glazeamento da superfície seguida pelo condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação de silano apresentaram a maior força de resistência de união, mas que a mesma foi afetada pelo envelhecimento das amostras. A maior discrepância de adaptação marginal foi observada nos grupos que receberam o glaze quando comparados a outros grupos. O glaze de porcelana de baixa fusão seguido da aplicação de ácido hidrófluorídrico alteraram a morfologia da cerâmica Y-TZP e melhoraram a adesão ao cimento resinoso, mas obtenção de altos valores de união para cerâmica Y-TZP ainda é desafiador. A discrepância marginal aumentou com a aplicação do glaze.

O trabalho de Moradabadi e colaboradores, em 2014, resultou de um estudo experimental para entender o mecanismo dominante na resistência de união entre cimento resinoso e a cerâmica de zircônia pela investigação dos efeitos dos diferentes tratamentos de superfície. Efeitos dos dois maiores mecanismos de adesão química e micromecânica foram avaliados na resistência de união entre o agente cimentante e a zircônia. Espécimes de blocos de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio foram fabricados e divididos em sete grupos de acordo com o tratamento de superfície: 1) jateamento com partículas abrasivas (SZ); 2) condicionamento (ZH); 3) jateamento com partículas abrasivas e condicionamento simultâneo (HSZ); 4) cobertura com uma camada de glaze Fluorapatita-Leucita (GZ); 5) espécimes GZ com condicionamento ácido adicional (HGZ); 6) cobertura com uma camada de glaze sal (SGZ) e, 7) espécimes SGZ depois condicionamento com 2% HCl (HSGZ). Cilindros de compósitos foram unidos à superfície dos espécimes de ZirkonZahn jateadas com partículas abrasivas com o cimento resinoso Panavia F2. O modo de falha foi examinado sob a ampliação de 30x e o efeito do tratamento de superfície foi analisado pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) e

microscopia de força atômica (AFM). Os grupos SZ e HSZ tiveram a maior média de resistência de união e os grupos GZ e SGZ, a menor. A média da resistência de união foi significativamente diminuída pela aplicação do glaze na superfície da zircônia nos grupos GZ e SGZ. Entretanto, a resistência de união foi aumentada depois do processo de condicionamento. O jateamento com partículas abrasivas resultou na maior resistência de união comparado ao tratamento com condicionamento. Os modos de falha variaram entre os diferentes grupos. Finalmente, foi concluído que a adesão micromecânica foi o mecanismo mais efetivo do que a adesão química e o jateamento com partículas adesivas aumentou significativamente a média da resistência de união comparado com os outros tratamentos de superfície.

Ozcan e Bernasconi, em 2015, realizaram uma revisão sistemática para analisar o potencial do cimento de ionômero de vidro e do resinoso na adesão em zircônia e destacaram os possíveis fatores dominantes que afetam os resultados de resistência de união para este substrato. Artigos científicos originais sobre adesão a zircônia, publicados na base de dados MEDLINE (PubMed) entre 01/01/1995 e 01/06/2011, fo

ram 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-padrão, 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 auto-adesivos, 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 macrotensão, 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.

Esse estudo teve como objetivo determinar se primers universais podem sozinhos alcançar níveis semelhantes de adesão do cimento resinoso à zircônia quando comparado a aplicação em conjunto com o jateamento com partículas abrasivas. Para tanto blocos sinterizados de zircônia ($N = 160$) (Lava, 3M ESPE), ($5.25 \times 5.25 \times 3 \text{ mm}^3$) foram incluídos em resina acrílica, polidos, e aleatoriamente distribuídos em 16 grupos ($n = 10$) de acordo com os fatores "primer universal" (8 níveis) partícula abrasivas (2 níveis): 1 ctr-controle, sem aplicação do primer universal; 2. AP: alloy primer; 3. MP: Monobond Plus; 4.MZP: Metal Zircônia Primer; 5. MZ: MZ primer, 6.SG: Signum Zirconia Bond; 7.SBU: Single Bond Universal, 8- Z Prime Plus. Os primers universais foram também utilizados após a abrasão da zircônia formando os 8 grupos seguintes: Ctr-A, AP-A, MP-A, MZP-A, MZ-A, Sg-A, SbU-A, e ZP-A. Após a limpeza ultrassônica, a abrasão foi feita utilizando partículas de Al_2O_3 (110 μm , 2.5 bar, 20 s at 10 mm) em um dispositivo de jateamento. Após uma nova limpeza ultrassônica os primers universais foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. O cimento resinoso (RelyX ARC, 3M ESPE) foi aplicado de forma incremental na superfície da zircônia e fotopolimerizado utilizando-se um molde de silicone ($\varnothing = 3.5$, altura = 3 mm). Todos os espécimes foram armazenados em água destilada (60 dias a 37°C) e depois submetidos a testes de cisalhamento de resistência de união em uma máquina universal de

testes (1mm/min). Em um conjunto separado de espécimes de zircônia a mensuração do ângulo de contato foi feita utilizando a técnica da gota séssil através de um goniômetro após a aplicação dos primers universais no controle e a abrasão das superfícies de zircônia. Os dados (Mpa) foram analisado através dos testes ANOVA, de Tukey e Teste de sStudent's ($\alpha = 0.05$). Os resultados demonstraram que quando os primers universais foram usados sozinhos, SBU apresentou média significativamente maior (19.5 ± 5.8) do que os outros primers (0 to 9.9 ± 6.6) ($p = 0.001$). Quando submetidos a abrasão os grupos AP-A (14.1 ± 6.1), MP-A (15.9 ± 5.4), ZP-A (16.9 ± 7.3), SG-A (19.1 ± 2.1), SbU-A (12 ± 1.5) apresentaram diferenças significativas ($p = 0.03$). A performance adesiva de todos os primers universais foi aprimorada após a abrasão, exceto para os primer SBU e MZ. Após a abrasão, as mensurações do ângulo de contato foram menores para cada primer (sem abrasão: 28.9 to 83.9; com abrasão: 27.1 to 63.0), exceto pra o MZP. O estudo concluiu que o jateamento com $110 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ seguido pela aplicação de primer universal aumentou a resistência de união do cimento resinoso testado a zircônia, exceto para SBU e MZ (PEREIRA, et.al, 2015).

2 PROPOSIÇÃO

Avaliar a influência do método de aplicação de dois tipos de glaze (pincel e spray) e do condicionamento com ácido fluorídrico sobre a rugosidade, energia de superfície e microestrutura de uma cerâmica Y-TZP.

Objetivos específicos:

1) Comparar a rugosidade (Ra) após os dois tipos de glaze (spray e pincel) e após a associação desses com o ácido fluorídrico através de perfilometria de uma cerâmica Y-TZP (IPS e.maxR[®] ZirCAD (Ivoclar Vivadent, EUA)

2) Avaliar qualitativamente por MEV a influência dos dois tipos de glaze e a associação desses com o ácido fluorídrico na superfície de uma cerâmica Y-TZP (IPS e.maxR[®] ZirCAD (Ivoclar Vivadent, EUA)

3) Analisar a energia de superfície de uma cerâmica Y-TZP por meio de um goniômetro (IPS e.maxR[®] ZirCAD (Ivoclar Vivadent, EUA)

4) Analisar os elementos químicos presentes na superfície de uma cerâmica Y-TZP (IPS e.maxR[®] ZirCAD (Ivoclar Vivadent, EUA) após a aplicação de dos dois tipos de glaze e de ácido fluorídrico através da Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS).

5) Avaliar se houve mudança da zircônia da fase tetragonal para monoclinica após o tratamento térmico realizado após a aplicação dos glazes (pincel e spray).

3 METODOLOGIA

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 01).

Tabela 01 – 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	M13476
VITA Akzent® Plus	Glaze Spray	Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha	A0764
VITA Akzent® Plus	Glaze Pó/Líquido	Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha	21740 22601
Condicionador de porcelana (Condac Porcelana)	Ácido Fluorídrico a 10%	FGM Dentscare, Joinville, SC, Brasil	070415

3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

Quatro blocos cerâmicos de zircônia parcialmente estabilizada por ítria pré-sinterizados (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram cortados com dimensão padrão 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 20 amostras. Os dois lados das amostras foram regularizados com lixas d'água de granulação #180 e #600 e receberam acabamento com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil). Previamente à sinterização, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná,

Brasil) em álcool isopropílico manipilado(Farmácia de Homeopatia e Manipulação, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil durante oito minutos. As amostras (Figura 01) foram então sinterizadas em forno VITA Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, Bad Säckingen, Alemanha) sob temperatura de 1530°C. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou oito horas. As dimensões finais dos discos foram de 12mmx12mmX1,5mm. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 5 grupos de 4 espécimes cada, conforme descrito na tabela 2.



Figura 01 – Amostras sinterizadas de cerâmica Y-TZP (IPS e.max® ZirCAD – Ivoclar-Vivadent)

Tabela 02 – Apresentação e descrição dos grupos do estudo

Grupo	Descrição	n
C	Zircônia	4
S	Glaze Spray	4
P/L	Glaze pó-líquido	4
S+HF	Glaze Spray + condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 1 min	4
P/L+HF	Glaze pó-líquido + condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 1 min	4

O grupo C não recebeu nenhum tipo de tratamento de superfície e serviu de grupo controle. No grupo S (Glaze Spray), o spray - Glaze Spray VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) (Figura 03) foi aplicado em um das superfícies de cada amostra ,em camada única, sendo borrifado a uma distância média de 5 cm da superfície cerâmica (de acordo com as recomendações do

fabricante), com inclinação média de 45° por 3s, tempo necessário que essa superfície ficasse completamente coberta. Em seguida, as amostras foram levadas ao forno VITA VACUMAT 6000 MP (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) para o processo de queima do glaze. No grupo P/L (Glaze Pó-Líquido), a superfície foi tratada com uma camada do Glaze VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) (Figura 04) (0,2 g de pó para 8 gotas de líquido) com auxílio de um pincel (Pincel Pêlo de Marta, Tigre, 308, 00) e também levada ao forno VITA VACUMAT 6000 MP (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) (Figura 05) para o processo de queima do glaze. Os grupos S + HF e P/L + HF receberam o mesmo protocolo de tratamento dos grupos S e P/L, respectivamente, e as superfícies foram então condicionadas com ácido fluorídrico a 10% (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) por 1 min e lavadas com spray ar-água pelo mesmo tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão Paraná, Brasil) (5 min em H₂O destilada) para remoção do precipitado ácido.



Figura 02 – Glaze Spray Vita Akzent



Figura 03 – Glaze pó/líquido Vita Akzent

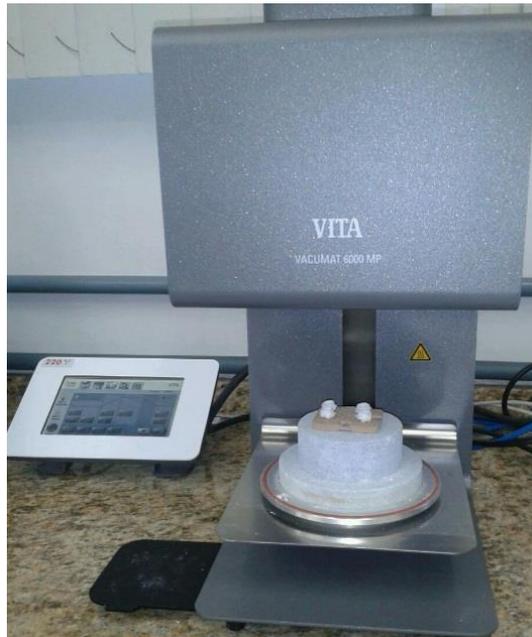


Figura 04 – Forno VITA VACUMAT 6000 MP.

3.3 MEDIDA DA ENERGIA DE SUPERFÍCIE:

Após os tratamentos de superfície propostos, 3 espécimes de cada grupo foram submetidos a análise do ângulo de contato e da energia de superfície por meio de um Goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers, Mountain Lakes, Nova Jersey, EUA) (Figura 06), que é um aparelho do tipo bancada óptica que incorpora um transferidor interno para leitura, calibrado em incrementos de um grau. O seu microscópio de baixa potência (Figura 07) produz uma imagem bem definida da gota séssil ou pendente (no presente trabalho utilizou-se água destilada), que é observada como uma silhueta (Figura 08). As medidas do ângulo de contato podem ser efetuadas manualmente ou automaticamente em um ambiente com temperatura e umidade controlada, por um sistema de análise de imagens interligado a uma unidade computadorizada utilizando-se de um software especializado (Software RHI 2001 Imaging). Cada espécime foi submetido a 3 mensurações. O tempo de análise foi de 10s para cada amostra.

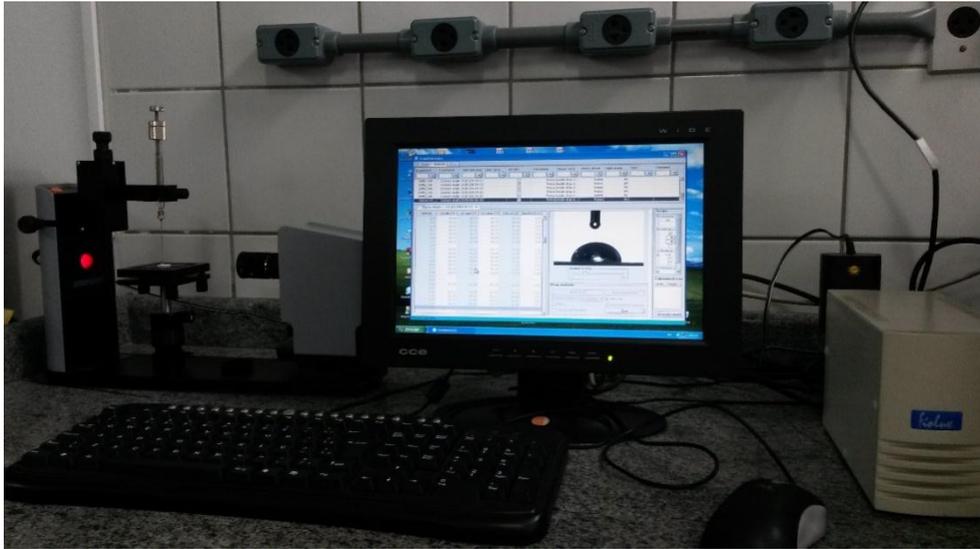


Figura 05 – Goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00)

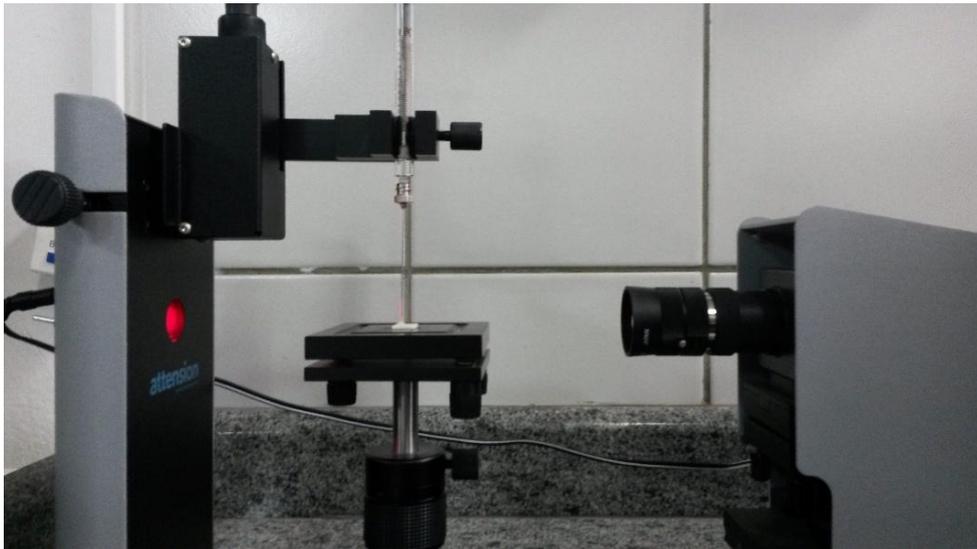


Figura 06 – Microscópio de baixa potência do Goniômetro. Fonte:

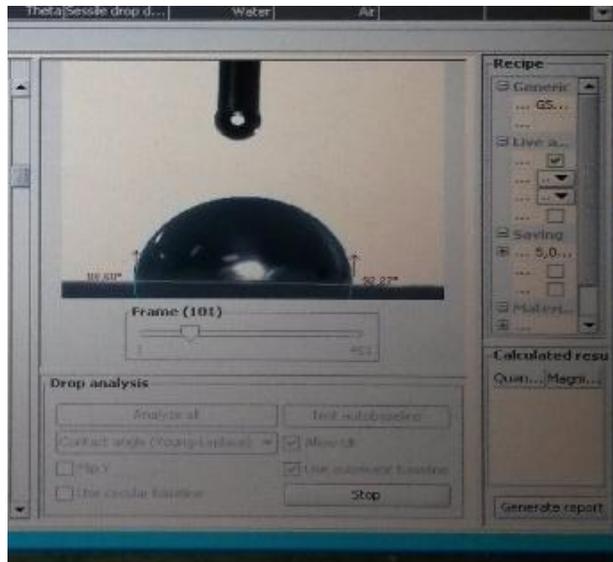


Figura 07 – Gota que é observada como uma silhueta.

3.4 PERFILOMETRIA

O perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) (Figura 09) 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) e para mensuração da rugosidade) por meio da análise de dados de rugosidade R_a e R_q (média aritmética de todos os picos e vales encontrados durante a leitura da amostra). Foram obtidas 4 micrografias para cada amostra e calculou-se a média e desvio padrão da rugosidade média aritmética. Nas imagens obtidas, regiões vermelhas representam picos (maior rugosidade), regiões azuis representam vales e verdes são áreas neutras.

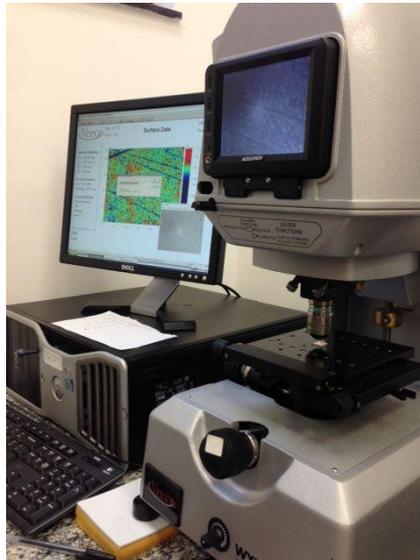


Figura 08 – Perfilômetro Óptico Digital (LAS-INPE).

3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

A difratometria de Raios X (Modelo X'pert Powder, Panalytical, Holanda) (Figura 10) foi realizada em uma amostra de cada grupo para identificação das fases cristalinas do material, observando se houve mudança da zircônia da fase tetragonal para monoclinica após o tratamento térmico de formação da camada vítrea. Para realizar esta análise cada amostra foi posicionada em um dispositivo metálico (porta amostra), com a superfície submetida ao tratamento voltada para cima, o qual foi em seguida fixado no compartimento de leitura do difratômetro. A análise por difratometria de raios-X consistiu na irradiação da superfície da cerâmica (profundidade de aproximadamente $5,0 \mu\text{m}$) com um feixe de Raios X, monocromático, de $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) utilizando-se um filtro de níquel, a uma tensão de 45 kV e 40 mA. Os raios são difratados pelos planos atômicos da amostra e captados por um sensor localizado no lado oposto da fonte de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclinica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura. O aparecimento de picos no espectro de Raios X representa a ocorrência de interferência construtiva de feixes que foram difratados por planos diferentes. Assim, as fases cristalinas presentes nas amostras foram identificadas por difração de Raios X, utilizando a radiação do $\text{Cu-K}\alpha$ com varredura entre 25 e 80° , passo angular de $0,02^\circ$ e tempo de integração de 25 segundos, o que determinou a quantidade ou porcentagem de uma possível transformação de fase da amostra de Y-TZP. Após obtenção dos

dados, estes foram enviados para uma unidade computadorizada e analisados por meio de gráficos, através de um programa computacional (Highscore, Panalytical).



Figura 9 – Difratorômetro de raio-X (LAS-INPE).

3.6 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). 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 12mm e 20kV de voltagem de aceleração. Para cada área mensurada da amostra (1mm²) os principais elementos foram analisados com real time de 100 segundos.

3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Os discos de cada grupo foram limpos com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda, Guarulhos, São Paulo, SP. Brasil), secos sobre papel absorvente em temperatura ambiente e em seguida, posicionados em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla-face de carbono e metalizados em metalizadora DENTON VACUM –DESK II, recebendo uma fina camada (~10nm) de ouro. Por fim, foram colocados em Microscópio Eletrônico de Varredura JSM5310S50 em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, foi realizada a análise de superfície, com aumento de 5000X.

4 ARTIGO

RESUMO

Objetivos: o objetivo do presente estudo foi avaliar qualitativamente e quantitativamente a influência do método de aplicação (pincel e spray) do glaze e do condicionamento com ácido fluorídrico sobre a rugosidade, energia de superfície e microestrutura de uma cerâmica Y-TZP.

Materiais e métodos: Foram confeccionados 20 corpos de prova a partir de 4 blocos cerâmicos de zircônia parcialmente estabilizada por ítria pré-sinterizados (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que foram divididos em 5 grupos (n=4) de acordo com o tratamento de superfície recebido: C= controle (nenhum tratamento de superfície); S: glaze spray VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, BadSachingen, Alemanha); P/L: glaze pó/líquido VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, BadSachingen, Alemanha), S+HF: S + condicionamento com ácido fluorídrico 10% (HF) (FGM, Dentscare, Joinville, SC, Brasil) (1min); P/L + HF: P/L + condicionamento com HF 10% (1min). As amostras foram então submetidas aos seguintes testes: 1)goniometria, para análise do ângulo de contato e da energia de superfície por meio de um goniômetro; 2) análise dos dados de rugosidade (Ra) por meio de um perfilômetro óptico digital; 3) identificação das fases cristalinas do material pela Difratometria de Raios X; 4) análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico por Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS); 5) análise da superfície após cada tratamento de superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 5000X. Para realização da análise estatística foram aplicados os testes de Tukey e Anova.

Resultados: Os resultados demonstraram que: 1) a superfície das amostras tratadas com o glaze pó/líquido foram as que apresentaram uma camada mais espessa de glaze, com superfícies mais rugosas, sendo que quando o tratamento se deu somente com o glaze pó/líquido os valores encontrados foram $Ra=872,1\mu\text{m}$ e $Rq=1162\mu\text{m}$. Quando aplicado o ácido fluorídrico os valores foram $Ra=2658\mu\text{m}$ e $Rq=3367\mu\text{m}$; 2) o grupo que recebeu o tratamento com o glaze pó/líquido foi o que apresentou a maior energia de superfície ($53,58\text{mN/m}$), e os demais grupos apresentaram elevados valores de ângulos de contato; 3) o tratamento térmico de vitrificação não causou alterações de fases na estrutura da zircônia; 4) a análise por

EDS revelou um maior conteúdo vítreo (sílica) nas superfícies do grupo P/L+HF (43%), seguido por P/L (40,7%) e S+HF (2,7%). Não foi encontrada sílica nas superfícies do grupo GS.5) as imagens de perfilometria e MEV revelaram um padrão irregular de disposição do *glaze* após o condicionamento com HF 10%.

Conclusões: a utilização do *glaze* pó/líquido pela técnica do pincel promoveu uma maior padronização da camada de *glaze* e foi método de tratamento de superfície que apresentou uma maior energia de superfície e um maior conteúdo vítreo.

INTRODUÇÃO

O uso crescente de cerâmicas densamente sinterizadas, como as à base de zircônia estabilizadas por ítria (Y-TZP) ocorre devido às suas excelentes propriedades, tais como: biocompatibilidade, alta resistência à flexão e a fratura e elevada tenacidade. Estas cerâmicas de alta resistência apresentam uma grande versatilidade de indicação podendo ser usadas para restaurações unitárias, próteses fixas extensas, prótese tipo protocolo e pilares cerâmicos (MORADABADI, et al, 2014; CANDIDO, et.al, 2014). A cimentação das cerâmicas ácido-resistentes como a de zircônia não possui a previsibilidade da cimentação de cerâmicas vítreas, pois este tipo cerâmico não se beneficia do tratamento com ácido fluorídrico como as cerâmicas ácido-sensíveis (DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011; BOTINO et al., 2014; BOTTINO et al., 2015). Sendo assim, há algumas opções de tratamento da superfície para este material cerâmico, cujo objetivo é promover micro retenções e/ou tornar a superfície reativa quimicamente para a união adesiva (DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011; VANDERLEI, 2011; AMARAL et al., 2014), como : jateamento com partículas de óxido de alumínio, irradiação com laser de Er:YAG (CARVALHO, GIANNINI e CAVALCANTI, 2012; BARBOSA et al., 2011), jateamento com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica (Cojet, Rocatec ®) associado ao emprego de silano e cimento resinoso com MDP (metacrilóxidecildi-hidrogênio fosfato) (CAVALCANTI et al., 2009; PAPIA et al., 2013), primer para zircônia (BARBOSA et al., 2011; DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA, 2011; BEHR et al., 2011; URAL et al., 2011; CURA et al., 2012; GIANNINI et al., 2012; AMARAL et al., 2013; HAN et al., 2013; MAEDA et al., 2014; OZCAN E

BERNASCONI, 2015), condicionamento por infiltração seletiva (ABOUSHELIB, KLEVERLAAN, FEILZER, 2007) e pulverização de plasma (PAPIA et al., 2013).

Estudos observaram efeitos deletérios do jateamento na resistência mecânica de cerâmicas Y-TZP, em função do desenvolvimento de microtrincas prematuras podendo provocar possíveis fraturas catastróficas das restaurações (TURP et.al, 2013; OZCAN, 2014; OZCAN e BERNASCONI, 2015). Giannini e colaboradores, em 2012 afirmaram que o efeito de primers sobre a resistência adesiva é limitado visto que a aplicação deste não aumentou a resistência de união dos cimentos resinosos à zircônia e o armazenamento em água por seis meses reduziu a resistência de união à zircônia para dois tipos de cimentos com MDP. O estudo de Aboushelib et al., (2009) mostrou que os primers para zircônia produziram inicialmente um aumento na resistência de união, no entanto foram reduzidos significativamente após o armazenamento em água, pois são moléculas hidrofílicas. Os procedimentos de jateamento e os parâmetros de deposição a ele relacionados podem provocar na zircônia a transformação de fase de tetragonal para monoclinica, o que pode ser prejudicial para a durabilidade desta cerâmica (MOTA, Y. A, 2014). Assim, a utilização de outros métodos de tratamento de superfície para este tipo de cerâmica tem sido sugerida, como aplicação de uma camada de glaze (CURA et al., 2012; EVERSON et al., 2012; ANTUNES, 2014; PEREIRA et.al.,2015). A modificação da superfície da cerâmica Y-TZP via vitrificação que consiste na aplicação de um fino filme de glaze de porcelana de baixa-fusão que pode ser seletivamente condicionado, de forma similar ao mecanismo de adesão das cerâmicas feldspáticas. Os procedimentos de jateamento e os parâmetros de deposição a ele relacionados podem provocar na zircônia a transformação de fase de tetragonal para monoclinica, o que pode ser prejudicial para a durabilidade desta cerâmica (MOTA, Y. A, 2014). Assim, a utilização de outros métodos de tratamento de superfície para este tipo de cerâmica tem sido sugerida, como aplicação de uma camada de glaze (CURA et al., 2012; EVERSON et al., 2012; ANTUNES, 2014; PEREIRA et.al.,2015). A modificação da superfície da cerâmica Y-TZP via vitrificação consiste na aplicação de um fino filme de glaze de porcelana de baixa-fusão que pode ser seletivamente condicionado, de forma similar ao mecanismo de adesão das cerâmicas feldspáticas.

Existem duas formas de aplicação do glaze que são utilizadas para o processo de vitrificação: spray ou pincel. Em ambas as formas é aplicada uma camada de glaze sobre a superfície cerâmica que em seguida será levada ao forno para sinterização. Estudos demonstram resultados promissores na força de adesão da cerâmica Y-TZP ao cimento resinoso após a superfície cerâmica ser glazeada e submetida à abrasão com partículas de óxido de alumínio e silanização, ou atacada com ácido hidrófluídrico após a aplicação do glaze (VANDERLEI, BOTTINO E VALANDRO, 2014; ANTUNES, 2014), podendo essa superfície ser posteriormente silanizada, o que torna a mesma micro retentiva e reativa quimicamente, semelhante a superfície de uma cerâmica vítrea. Estas retenções micromecânicas são pré-requisitos para o estabelecimento de uma união forte, estável e durável do cimento resinoso ao substrato desta cerâmica (VANDERLEI, ALESKA DIAS, 2011; BOTTINO et al., 2014; ANTUNES, 2014; BOTTINO, et al 2015).

Vários ensaios que envolvem uma variedade de métodos de condicionamento, promotores de adesão ou cimentos em diversos ambientes de teste vem sendo realizados, mesmo assim, um protocolo eficiente e duradouro para cimentação de zircônia ainda não foi estabelecido (ÖZCAN, 2014; ÖZCAN e BERNASCONI, 2015). A vitrificação da superfície da cerâmica Y-TZP, seguida por ataque com HF, é promissora e pode levar a uma cimentação estável e duradoura em superfícies de cerâmicas Y-TZP. (VANDERLEI, BOTTINO e VALANDRO, 2014). Diante do acima exposto esse estudo se propôs a avaliar qualitativamente a influência de dois diferentes tipos de aplicação do glaze e do condicionamento com ácido fluorídrico sobre a superfície de uma cerâmica Y-TZP.

Materiais e métodos

Materiais Utilizados

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	M13476
VITA Akzent® Plus	Glaze Spray	Vita Zanhfabrik, BadSachingen, Alemanha	A0764
VITA Akzent® Plus	Glaze Pó/Líquido	Vita Zanhfabrik, BadSachingen, Alemanha	21740 22601
Condicionador de porcelana (Condac Porcelana)	Ácido Fluorídrico a 10%	FGM Dentscare, Joinville, SC, Brasil	070415

Obtenção das amostras

Quatro blocos cerâmicos de zircônia parcialmente estabilizada por ítria pré-sinterizados (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram cortados com dimensão padrão 15x15x2mm (largura, comprimento e espessura respectivamente), com um disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) em máquina de corte de alta precisão (IsoMet® 1000 PrecisionSaw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA) para obtenção de 20 amostras. Os dois lados das amostras foram regularizados com lixas d'água de granulação #180 e #600 e receberam acabamento com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil). Previamente à sinterização, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico em álcool isopropílico manipulado durante oito minutos. As amostras (Fig.1) foram então sinterizadas em forno VITA Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, BadSäckingen, Alemanha) sob temperatura de 1530°C. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou oito horas. As dimensões finais dos discos foram de 12mmx12mmx1,5mm. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 5 grupos de 4 espécimes cada, conforme descrito na tabela 2.

Tabela 2: Apresentação e descrição dos grupos do estudo.

Grupo	Descrição	n
C	Controle	4
S	Glaze Spray	4
P/L	Glaze pó-líquido	4
S+HF	Glaze Spray + condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 1 min	4
P/L+HF	Glaze pó-líquido + condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 1 min	4

O grupo C não recebeu nenhum tipo de tratamento de superfície e e por isso foi o grupo controle. No grupo S(Glaze Spray), o spray - Glaze Spray VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, BadSäckingen, Alemanha) foi aplicado em um das superfícies de cada amostra, em camada única, sendo borrifado a uma distância média de 5 cm da superfície cerâmica (de acordo com as recomendações do fabricante), com inclinação média de 45° por 3 s, tempo necessário que essa superfície ficasse completamente coberta. Em seguida, as amostras foram levadas ao forno VITA VACUMAT 6000 MP (VITA Zahnfabrik, BadSäckingen, Alemanha) para o processo de queima do glaze. No grupo P/L (Glaze Pó-Líquido), a superfície foi tratada com uma camada do Glaze VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik, BadSäckingen, Alemanha) (0,2 g de pó para 8 gotas de líquido) com auxílio de um pincel (Pincel Pêlo de Marta, Tigre, 308, 00) e também levada ao forno VITA VACUMAT 6000 MP (VITA Zahnfabrik, BadSäckingen, Alemanha) para o processo de queima do glaze. Os grupos S + HF e P/L + HF receberam o mesmo protocolo de tratamento dos grupos S e P/L, respectivamente, e as superfícies foram então condicionadas com ácido fluorídrico a 10% (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) por 1 min e lavadas com spray ar-água pelo mesmo tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão Paraná, Brasil) (5 min em H₂O destilada) para remoção do precipitado ácido.

Medida da Energia de Superfície:

Após os tratamentos de superfície propostos, 3 amostras de cada grupo foram submetidos a análise do ângulo de contato e da energia de superfície por meio de um Goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, ContactAngleGoniometers, MountainLakes, Nova Jersey, EUA). As medidas do ângulo de contato foram efetuadas utilizando-se de um software especializado (Software RHI 2001 Imaging). Cada amostra foi submetida a 3 mensurações. O tempo de análise foi de 10s para cada amostra.

Perfilometria:

O perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA)(figura 9) 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) e para mensuração da rugosidade) por meio da análise de dados de rugosidade Ra (média aritmética de todos os picos e vales encontrados durante a leitura da amostra) e Rq (rugosidade quadrática média). Foram obtidas 4 micrografias para cada amostra e calculou-se a média e desvio padrão da rugosidade média aritmética. Nas imagens obtidas, regiões vermelhas representam picos (maior rugosidade), regiões azuis representam vales e verdes são áreas neutras.

Difratometria de Raios-X

A difratometria de Raios X (Modelo X'pertPowder, Panalytical, Holanda) (figura 10) foi realizada em uma amostra de cada grupo para identificação das fases cristalinas do material, observando se houve mudança da zircônia da fase tetragonal para monoclinica após o tratamento térmico de formação da camada vítrea. A análise por difratometria de raios-X consistiu na irradiação da superfície da cerâmica (profundidade de aproximadamente 5,0 μm) com um feixe de Raios X, monocromático, de Cu-K α ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) utilizando-se um filtro de níquel, a uma tensão de 45 kV e 40 mA. Os raios são difratados pelos planos atômicos da amostra e captados por um sensor localizado no lado oposto da fonte de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclinica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura. O aparecimento de picos no espectro de Raios X representa a ocorrência de interferência construtiva de feixes que foram difratados por planos diferentes. Assim, as fases cristalinas presentes nas amostras foram identificadas por difração de Raios X, utilizando a radiação do Cu-K α com varredura entre 25 e 80 $^\circ$, passo angular de 0,02 $^\circ$ e tempo de integração de 25 segundos, o que determinou a quantidade ou porcentagem de transformação de fase da amostra de Y-TZP. Após obtenção dos dados, estes foram enviados para uma unidade computadorizada e analisados por meio de gráficos, por meio de um programa computacional (Highscore,Panalytical).

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). Foram analisadas em EDS as mesmas amostras utilizadas no MEV. Elas foram limpas com álcool 70%. Em seguida, foram lavados em banhos ultrassônicos com álcool 70%, durante oito minutos, acetona 60%, 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 – CzechRepublic) 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.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Os discos de cada grupo foram limpos com álcool 70%, secos sobre papel absorvente em temperatura ambiente e em seguida, posicionados em uma plataforma de alumínio e metalizados em metalizadora DENTON VACUM –DESK II, recebendo uma fina camada (~10nm) de ouro. Por fim, foram colocados em Microscópio Eletrônico de Varredura JSM5310S50 em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, foi realizada a análise de superfície, com aumento de 5000X.

RESULTADOS

Goniometria

Foi realizado teste ANOVA ($p \leq 0,05$) e revelou-se que houve diferença estatística entre os grupos ($p = 0,001$). Em seguida, foi realizado o teste Tukey para revelar entre quais grupos houve diferença (tabela 3). De acordo com a tabela 3, verifica-se que o grupo P/L apresentou o menor valor médio de ângulo de contato (50,31) em comparação com os demais grupos do estudo. Observou-se ainda na referida tabela que os grupos P/L+ Ácido e S + Ácido apresentaram valores de ângulo de contato estatisticamente semelhantes entre si (72,73) e (81,73) respectivamente e menores que os grupos S e C. Os grupos S (101,3) e C (96,48) não diferiram estatisticamente e apresentaram os maiores valores de ângulo de contato.

Com relação a energia de superfície, verificou-se, de acordo com a tabela 3 que o grupo P/L apresentou a maior energia de superfície em comparação com os demais grupos. Os grupos P/L+ Ácido e S + Ácido apresentaram valores de ângulo de contato semelhantes entre si e menores que o grupo P/L e maiores que os grupos S e C. Os grupos S e C mostraram valores de energia de superfície semelhantes entre si e menores que todos os outros grupos do estudo.

Tabela 3: Estatística descritiva e teste de Tukey da goniometria

	n	CA mean (°)	Desvio padrão	Volume (μ l)	Energia de Superfície (mN/m)
S	6	101,3 ^a	2,868	7,75	22,28
Zc	6	96,48 ^a	6,341	8,77	25,24
S + Ácido	6	81,73 ^b	7,329	9,59	34,38
P/L + Ácido	6	72,73 ^b	11,18	11,11	39,99
P/L	6	50,31 ^c	3,972	10,84	53,58

Perfilometria

A análise da geometria tridimensional revelou um aumento do padrão de rugosidade após a aplicação do ácido fluorídrico nas superfícies vitrificadas independentemente do tipo de glaze utilizado (Fig. 3 e 5). O grupo que foi tratado com o glaze pó/líquido (P/L), sem condicionamento com ácido fluorídrico (Fig. 2) foi o que o apresentou uma superfície mais uniforme e plana de glaze em comparação aos demais grupos (Fig. 1, 3, 4 e 5).

Para análise estatística da perfilometria foi realizado o teste de comparações múltiplas de Tukey (tabela 4), demonstrou que tanto para Ra como para Rq, o único grupo que apresentou diferença estatística significativa em relação aos demais grupos foi o grupo que recebeu o tratamento de superfície com o glaze pincél seguido do condicionamento ácido, e este foi também o grupo que apresentou os maiores valores médios de rugosidade. Os grupos C, S, S+ácido, P/L, apresentaram valores médios de rugosidade estatisticamente semelhantes.

Tabela 4: Estatística descritiva e teste de Tukey da perfilometria

	Ra		Rq	
	Mean (nm)	Standard Deviation	Mean (nm)	Standard Deviation
C	263,4 ^a	11,07	339,1 ^a	12,75
S	303,4 ^a	31,95	391,3 ^a	45,73
S+ácido	383,0 ^a	78,15	603,6 ^a	276,1
P/L	872,1 ^a	224,3	1162 ^a	275,1
P/L + ácido	265,8 ^b	1476	3367 ^b	1802

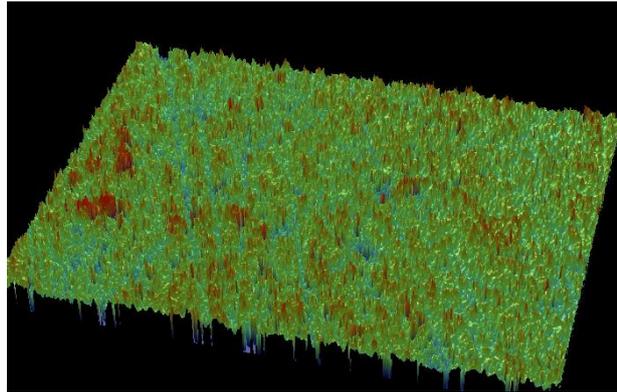


Figura 1: imagem em 3D de perfilometria do grupo controle

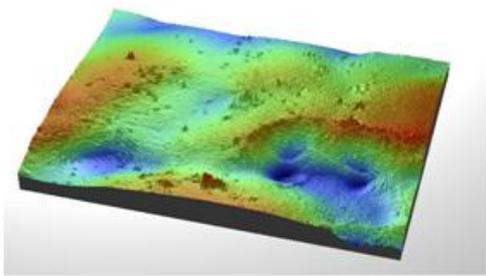


Figura 2: imagem em 3-D de perfilometria do grupo G P/L

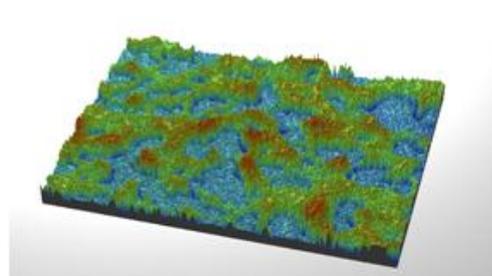


Figura 3: imagem de perfilometria em 3D do grupo G P/L + HF

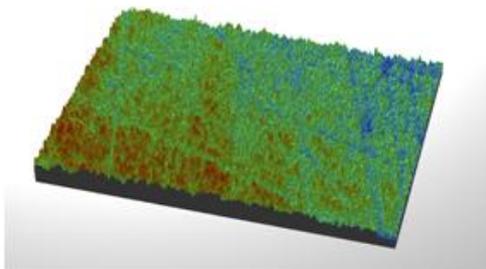


Figura 4: imagem de perfilometria em 3D do grupo GS

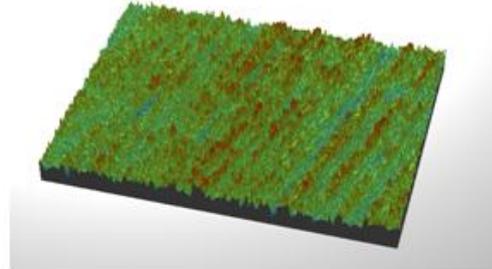


Figura 5: imagem de perfilometria em 3D do grupo GS + HF

Difratometria de Raios-X

O teste de Difratometria de Raios-X demonstrou que o tratamento térmico de vitrificação não alterou a estrutura da zircônia, que apresentou somente a fase tetragonal em todos os grupos (tabela 6). O pico menos intenso foi identificado no grupo de que recebeu o glaze pó/líquido (P/L).

Tabela 6: tabela demonstrativa do teste de difratometria de raios-X

Grupo	Pico	Fase identificada
C	30	Tetragonal
S	30	Tetragonal
P/L	30	Tetragonal
P/L+HF	30	Tetragonal
P/L+HF	30	Tetragonal

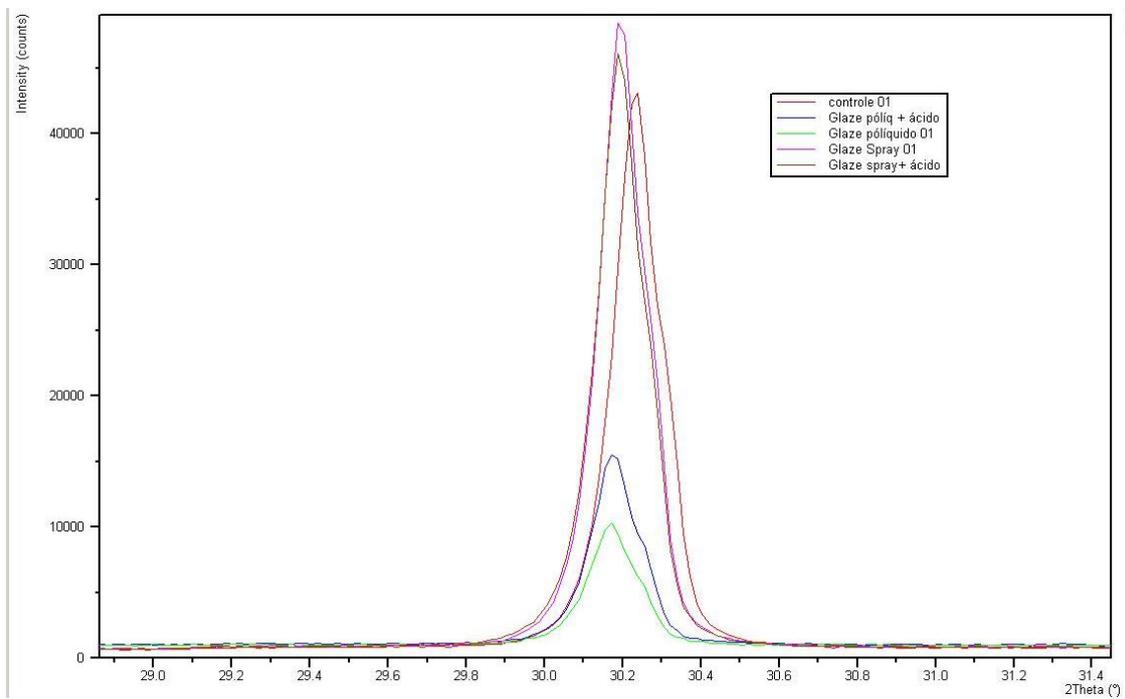


Figura 06: comparação de intensidade das amostras DRX

Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

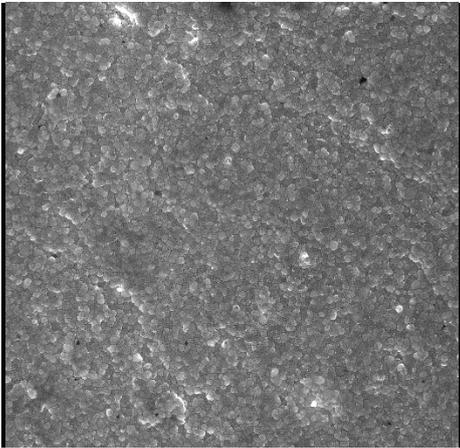
Através da análise por EDS pode-se observar que o grupo que apresentou o maior conteúdo vítreo em sua superfície foi o P/L+HF, seguido do P/L e S+HF. Não foi constada a presença de sílica no grupo S. A análise por EDS está representada na tabela a seguir (tabela 4):

Tabela 4: análise por EDS

Grupos	Y (ítrio)	Ca (cálcio)	Ba (bário)	K (potássio)	Na (sódio)	O (oxigênio)	Si (sílica)	Zr (zircônia)
C	4,1%							95,9%
P/L		5,4%	2,2%	3,6%	4,7%	39,2%	40,7%	
S	4,2%					15,16%		80,1%
P/L+HF		5,7%	2,4%	3,8%	5,1%	40,1%	43%	
S+HF		0,4%		0,3%	0,7%	30,8%	2,7%	65,1%

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens obtidas pelo MEV e suas respectivas descrições estão disponíveis no quadro abaixo:

Imagens do MEV	Descrição
	Fig, 8: Grupo C: É possível visualizar os grãos de zircônia, por ser uma amostra sem tratamento de superfície(X5000)

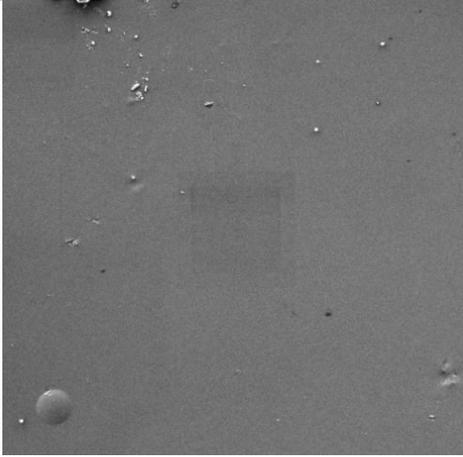


Fig.9 :Grupo P/L: Não é possível a visualização dos grãos de zircônia, pois a amostra está totalmente coberta pela aplicação do Glaze Pó/Líquido aplicado por pincél(X5000)

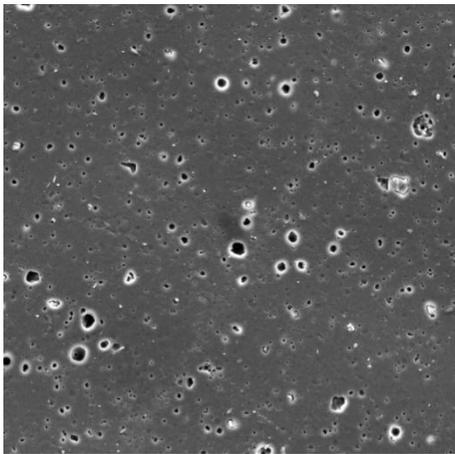


Fig 10: Grupo P/L + HF: Quando comparamos com a imagem acima, é possível visualizar a degradação da camada de Glaze pela aplicação do ácido fluorídrico (5000X)

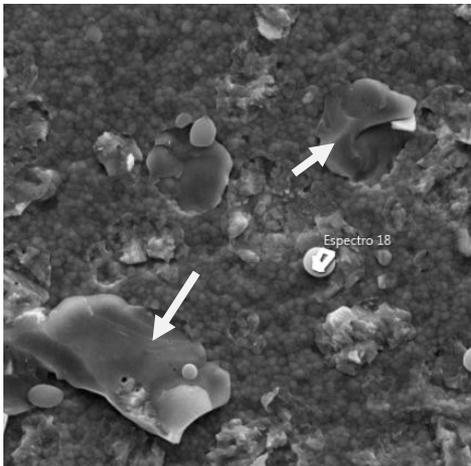


Fig.11: Grupo S: É possível a visualização em grande parte de grãos de zircônia, com pequenas regiões de glaze, revelando que o Glaze Spray não foi efetivo para o recobrimento total da amostra (5000X)

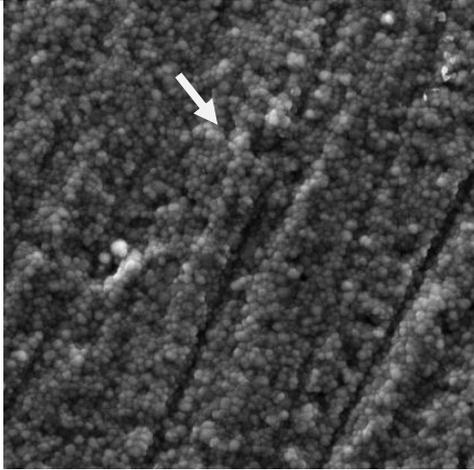


Fig.12: Grupo S + HF: É possível visualizar apenas os grãos de zircônia, em decorrência da aplicação do ácido fluorídrico e a total degradação das pequenas regiões de Glaze, aplicado pela técnica do Spray, como visualizado na imagem anterior (5000X)

DISCUSSÃO

No presente estudo duas estratégias de vitrificação foram empregadas pelo uso de dois tipos de glazes já disponíveis comercialmente, de mesmo fabricante e mesma composição, no entanto, diferenciados pela apresentação do produto, uma via spray (Glaze Spray Vita Aktzent – Grupo S) e o outro pó + líquido (Glaze Pó/Líquido Vita Aktzent – Grupo P/L), ambos seguido de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (grupos S+HF e P/L + HF). Foram então realizadas análise qualitativas das superfícies do grupo controle (C) e dos grupos que foram submetidos aos tratamentos de superfície.

Para análise da média de rugosidade superficial das amostras foi utilizado um perfilômetro óptico digital e constatou-se um aumento do padrão de rugosidade (aumento dos picos representados pelas regiões vermelhas) após a aplicação do ácido fluorídrico nas superfícies vitrificadas independentemente do tipo de glaze utilizado (figuras 3 e 5), corroborando o estudo de Vanderlei, Bottino e Valandro em 2014, no qual foi encontrada uma maior rugosidade nos grupos que receberam o tratamento com vitrificação, seguido do condicionamento ácido.

A zircônia pode se apresentar em três diferentes fases: cúbica, tetragonal e monocíclica. Na cerâmica Y-TZP a forma tetragonal pode ser estabilizada em temperatura ambiente pela presença de Y_2O_3 (óxido de zircônia). Porém, as tensões externas podem desencadear uma transformação da fase tetragonal para monoclinica. Essa transformação está relacionada com o aumento de volume que leva a compressão das forças, impedindo assim a propagação de trincas. Esse fenômeno faz da zircônia um material potencialmente superior as outras cerâmicas (SUBASI, et.al, 2014). Estudos anteriores (AMARAL et al., 2014; AMARAL et al., 2014b; MELO et al., 2015; MORADABADI et al., 2014) demonstraram que o método de silicatização 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, 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 (MOTA, 21014; MELO et al., 2015). Contudo, foi comprovado a existência da transformação reversa de fases 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 como a vitrificação, para tentar aprimorar a resistência de união entre uma cerâmica Y-TZP e um cimento resinoso (AMARAL et al., 2014; AMARAL et al., 2014b; NTALA et al., 2010; PEREIRA et al., 2015). No presente estudo foi realizado o teste de difratometria de raios-X para fazer a análise da estrutura da zircônica após o tratamento térmico de vitrificação. Para todos os grupos foi identificada a fase tetragonal, ou seja, a zircônia não apresentou mudanças de fase (figura 7). Além disso, de acordo com Chevalier et al. (2004), o comportamento de transformação de fase está diretamente relacionado com a temperatura e o tempo de permanência utilizadas para sinterizar as zircônias Y-TZP. Quando as cerâmicas são sinterizadas em condições superiores a $1450^{\circ}C/1$ hora, é previsto uma maior sensibilidade para a degradação em baixas temperaturas (INOKOSHI et al., 2014). Além disso, essa taxa de transformação pode estar relacionada com o tamanho dos grãos das cerâmicas. Quanto maior a temperatura e tempo, maior o tamanho do grão e conseqüentemente, maior probabilidade de transformação te→mo e menor resistência a DBT (AMARAL et al., 2013), fatos que contrariam o presente estudo, no qual a cerâmica foi sinterizada de forma lenta, durante 8h, a $1530^{\circ}C$, seguindo o

indicado no estudo de Vanderlei, Bottino e Valandro, em 2014, e não apresentou mudança de fase.

Para análise da energia de superfície essa pesquisa realizou testes com um goniômetro, e constatou que o grupo que apresentou o menor ângulo de contato, e conseqüentemente uma maior energia de superfície foi o grupo que recebeu o tratamento com o glaze tipo pincél, sem o ataque ácido (P/L). Quando seguido do condicionamento com ácido fluorídrico observou-se uma menor capacidade de molhamento fato esse que discordou com Bottino, 2015, que afirmou que a utilização do ácido gera um aumento da energia de superfície da cerâmica, aumentando o seu potencial adesivo. Tal discordância pode ter ocorrido pela diferença no tipo de cerâmica utilizada, que no estudo de Bottino foi a base de dissilicato de lítio.

As imagens obtidas pela perfilometria pela Microscopia Eletrônica de Varredura demonstraram que a camada de *glaze*, quando aplicado pela técnica do Spray, foi totalmente degradada pela utilização do HF (figura 12), o que não favorece a união química e mecânica idealmente objetivada com a vitrificação. Quando o glaze foi aplicado através da técnica do pincel, as imagens de microscopia revelaram uma superfície plana e regular, totalmente coberta pelo glaze (figura 9). Para essa mesma técnica de aplicação, seguida pelo condicionamento com ácido fluorídrico, as imagens revelaram que a camada de glaze sofreu uma degradação pela ação do ácido, criando assim microrretenções que favoreceriam a adesão (figura 10). Isso corrobora o estudo de Vanderlei, Bottino e Valandro, em 2014, no qual observou-se que quando foi realizada a vitrificação seguida do condicionamento ácido poças significativas foram formadas por ataque seletivo ao filme de vidro, o que parece promover uma melhor retenção micromecânica do cimento resinoso. Através da análise com EDS, pode-se observar um elevado conteúdo de sílica quando a superfície foi tratada com o glaze pó/líquido, fato esse que não ocorreu quando aplicado o glaze spray, sendo constatada nessa superfície um baixo teor de sílica e um alto teor de zircônia pura, ou seja, sem o glaze, fatos que foram corroborados pelos achados nas imagens de microscopia, que mostraram no grupo S a visualização em grande parte de grãos de zircônia, com pequenas regiões de glaze (figura 11), revelando que o glaze Spray não foi efetivo para o recobrimento total da amostra.

Dessa forma, observa-se que a forma de aplicação do spray, bem como a manutenção da camada vítrea sobre a superfície da cerâmica Y-TZP constituem passos importantes e parecem ser promissores para que cimentações adesivas sobre superfícies cerâmicas a base de zircônia sejam mais resistentes e duradouras. No presente estudo a aplicação do glaze na forma de pó/líquido demonstrou melhores resultados, porém novos protocolos ainda devem ser avaliados para que se chegue a um protocolo efetivo de vitrificação das superfícies a base de zircônia.

Conclusão:

A utilização do glaze pó/líquido pela técnica do pincél promoveu uma maior padronização da camada de glaze. Além disso, foi esse o método de tratamento de superfície que apresentou uma maior energia de superfície e um maior conteúdo vítreo, fatos que parecem ser favoráveis a adesão sobre a superfície da cerâmica estudada. Pode-se observar que a aplicação do ácido criou microretenções através da degradação da camada de glaze, justificando a aplicação do mesmo. Apesar dos melhores resultados obtidos no presente estudo com a utilização do glaze na forma de pó/líquido, novos protocolos ainda devem ser avaliados, como por exemplo a aplicação de duas camadas de spray, para que se chegue a uma cimentação adesiva estável e duradoura em cerâmicas Y-TZP.

REFERÊNCIAS

ABOUSHELIB, M.N.; KLEVERLAAN, C.J.; FEILZER, A.J. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. **J Prosthet Dent.**, v.98, n.5, p.379-88, 2007.

ABOUSHELIB, M.N.; MATINLINNA, J.P.; SALAMEH, Z.; OUNSI, H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. **Dent Mater**, v.24, n.9, p.1268-72, 2008.

ABOUSHELIB, M.N., KLEVERLAAN, C.J., FEILZER, A.J. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. **J Prosthet Dent**, v.98, n.5, p.379-88, nov. 2009.

AMARAL, M. et. Al. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. **J Dent**, v.42, n.1, p.90-8, jan. 2014.

ANTUNES, M.C.F. Influência de diferentes tratamentos de superfície sobre a adaptação marginal e resistência de união entre coroas Y-TZP e um material análogo à dentina. 2015. 89f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) - Universidade Federal de Juiz de Fora. Juiz de Fora, 2015.

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

BARBOSA, W.F.S. et al. Efeito da aplicação de primers para metal na resistência de união de cimentos resinosos à zircônia. **RPG Rev Pós Grad**, v.18, n.4, p.224-8, 2011.

BONA, A. D. et al . Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. **Braz Oral Res**, v. 21, n. 1, Mar. 2007.

BOTTINO, M.A et al. Bonding of Y-TZP to Dentin: Effects of Y-TZP Surface Conditioning, Resin Cement Type, and Aging. **Oper Dent**, v.39, n.3, p.291-300, maio-jun 2014.

BOTTINO, M.A et.al, Effect of Ceramic Etching Protocols on Resin Bond Strength to a Feldspar Ceramic. **Oper Dent.**, v. 40, n.2, 2015.

CARVALHO, J.S., GIANNINI, M., CAVALCANTI, N.A. Durabilidade da união à cerâmica de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (y-tzp). **Rev Bahiana Odonto**, v.3, n.1, p.27-44. dez. 2012.

CAVALCANTI, NA. et al. Y-TZP Ceramics: Key Concepts for Clinical Application. **Oper Dent.**, v.34, n.3, p.344-351, 2009.

CHEVALIER, J. et al. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. **Biomaterials**, v.25, n.24 p.5539-5545. nov. 2004.

DEVILLE, S. GREMILLARD, L. CHEVALIER, J. FANTOZZI, G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. **J Biomed Mater Res B Apply Biomater**, v.72, n.2, p.239-245. feb. 2005.

DIAS DE SOUZA, G.M.; THOMPSON, V.P.; BRAGA, R.R. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. **J Prosthet Dent**, v.105, n.5, p.296-303, 2011.

GARGAVA, S.; RAM, S. M. Evaluation of Surface Conditioning of Zirconia and Its Effect on Bonding to Resin-Luting Agent. **J Contemp Dent**, n. 3, v. 1, p. 7-10, Jan.-Abr. 2013.

GIANNINI, M. et al. Avaliação do efeito da aplicação de primers para metal e do tipo de cimento resinoso na resistência de união à zircônia. **Rev bras odontol**, v.69, n.1, p.15-20, jan.-jun. 2012.

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.

KIRMALI,O. et.al. Veneer Ceramic to Y-TZP Bonding: Comparison of Different Surface Treatments. **J. Prosthodont**, May. 2015. In press.

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

LIN, W. S. et al. The Effect of Core Material, Veneering Porcelain, and Fabrication Technique on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Analysis of Selected Dental Ceramics. **J Prosthodont**, v.21, n. 5, p. 353–362. jul. 2012.

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

MORADABADI, A. et al. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. **Mater Sci Eng**, v.34, p.311–317, 2014.

MOTA, Y. A. **Influência do envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica na resistência à flexão em cerâmicas de zircônia Y-TZP**. 2014. 85f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) – Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2014.

MIYASHITA, E.; PELLIZER, E. P.; KIMPARA, E. T. **Reabilitação oral contemporânea baseada em evidências científicas**. Nova Odessa-SP: Editora Napoleão, 2014. p.273-311.

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.

PEREIRA, P. 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.:169-74, 2015.

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, 2015.

TURP, V. et.al. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. **Aust Dent. J**. v. 58, n.2, p. 183-191, 2013.

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.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Tendo em vista o crescente uso das restaurações em zircônica na odontologia, e a controvérsia que ainda existe em torno da adesão de cerâmicas Y-TZP, novos estudos ainda devem ser realizados até que se chegue a um consenso sobre qual protocolo utilizar no o tratamento de superfície desse tipo cerâmico. Dentro das limitações desse estudo, sugere-se que novos protocolos de vitrificação sejam avaliados, como a aplicação de mais camadas de *glaze* sobre a superfície da cerâmica, ou ainda, a utilização do *glazepó*/líquido pela técnica do pincél, que foi o método que apresentou melhores resultados qualitativos dentro dos testes propostos nessa pesquisa.

REFERÊNCIAS

ABOUSHLIB, M.N.; KLEVERLAAN, C.J.; FEILZER, A.J. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. **J Prosthet Dent.**, v.98, n.5, p.379-88, 2007.

ABOUSHLIB, M.N.; MATINLINNA, J.P.; SALAMEH, Z.; OUNSI, H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. **Dent Mater**, v.24, n.9, p.1268-72, 2008.

ABOUSHLIB, M.N., KLEVERLAAN, C.J., FEILZER, A.J. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. **J Prosthet Dent**, v.98, n.5, p.379-88, nov. 2009.

AMARAL, M. et. Al. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. **J Dent**, v.42, n.1, p.90-8, jan. 2014.

ANTUNES, M.C.F. **Influência de diferentes tratamentos de superfície sobre a adaptação marginal e resistência de união entre coroas Y-TZP e um material análogo à dentina.** 2015. 89f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) - Universidade Federal de Juiz de Fora. Juiz de Fora, 2015.

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

BARBOSA, W.F.S. et al. Efeito da aplicação de primers para metal na resistência de união de cimentos resinosos à zircônia. **RPG Rev Pós Grad**, v.18, n.4, p.224-8, 2011.

BONA, A. D. et al . Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. **Braz Oral Res**, v. 21, n. 1, Mar. 2007.

BOTTINO, M.A et al. Bonding of Y-TZP to Dentin: Effects of Y-TZP Surface Conditioning, Resin Cement Type, and Aging. **Oper Dent**, v.39, n.3, p.291-300, maio-jun 2014.

BOTTINO, M.A et.al, Effect of Ceramic Etching Protocols on Resin Bond Strength to a Feldspar Ceramic. **Oper Dent.**, v. 40, n.2, 2015.

CARVALHO, J.S., GIANNINI, M., CAVALCANTI, N.A. Durabilidade da união à cerâmica de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (y-tzp). **Rev Bahiana Odonto**, v.3, n.1, p.27-44. dez. 2012.

CAVALCANTI, NA. et al. Y-TZP Ceramics: Key Concepts for Clinical Application. **Oper Dent.**, v.34, n.3, p.344-351, 2009.

CHEVALIER, J. et al. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. **Biomaterials**, v.25, n.24 p.5539-5545. nov. 2004.

DEVILLE, S. GREMILLARD, L. CHEVALIER, J. FANTOZZI, G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. **J Biomed Mater Res B Apply Biomater**, v.72, n.2, p.239-245. feb. 2005.

DIAS DE SOUZA, G.M.; THOMPSON, V.P.; BRAGA, R.R. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. **J Prosthet Dent**, v.105, n.5, p.296-303, 2011.

GARGAVA, S.; RAM, S. M. Evaluation of Surface Conditioning of Zirconia and Its Effect on Bonding to Resin-Luting Agent. **J Contemp Dent**, n. 3, v. 1, p. 7-10, Jan.-Abr. 2013.

GIANNINI, M. et al. Avaliação do efeito da aplicação de primers para metal e do tipo de cimento resinoso na resistência de união à zircônia. **Rev bras odontol**, v.69, n.1, p.15-20, jan.-jun. 2012.

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.

KIRMALI,O. et.al. Veneer Ceramic to Y-TZP Bonding: Comparison of Different Surface Treatments. **J. Prosthodont**, May. 2015. In press.

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

LIN, W. S. et al. The Effect of Core Material, Veneering Porcelain, and Fabrication Technique on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Analysis of Selected Dental Ceramics. **J Prosthodont**, v.21, n. 5, p. 353–362. jul. 2012.

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

MORADABADI, A. et al. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. **Mater Sci Eng**, v.34, p.311–317, 2014.

MOTA, Y. A. **Influência do envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica na resistência à flexão em cerâmicas de zircônia Y-TZP**. 2014. 85f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) – Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2014.

MIYASHITA, E.; PELLIZER, E. P.; KIMPORA, E. T. **Reabilitação oral contemporânea baseada em evidências científicas**. Nova Odessa-SP: Editora Napoleão, 2014. p.273-311.

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.

PEREIRA, P. 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.:169-74, 2015.

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, 2015.

TURP, V. et.al. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. **Aust Dent. J.** v. 58, n.2, p. 183-191, 2013.

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.