

UNIVERSIDADE DE RIBEIRÃO PRETO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

CELSO BERNARDO DE SOUZA FILHO

AVALIAÇÃO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA ZIRCÔNIA TETRAGONAL
POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÍTRIO COM LASER DE ER:YAG NAS
CARACTERÍSTICAS SUPERFICIAIS E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À CIMENTOS
RESINOSOS

RIBEIRÃO PRETO

2018

Celso Bernardo de Souza Filho

AVALIAÇÃO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA ZIRCÔNIA TETRAGONAL
POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÍTRIO COM LASER DE ER:YAG NAS
CARACTERÍSTICAS SUPERFICIAIS E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À CIMENTOS
RESINOSOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação
em Odontologia da Universidade de Ribeirão
Preto, como parte dos requisitos para obtenção do
título de Doutor em Odontologia, área de
concentração Implantodontia.

Orientadora: Profa. Dra. Érica Alves Gomes

Ribeirão Preto

2018

Ficha catalográfica preparada pelo Centro de Processamento
Técnico da Biblioteca Central da UNAERP

- Universidade de Ribeirão Preto -

Celso Bernardo de Souza Filho, 1964 -

Avaliação do tratamento de superfície da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio com laser de Er:YAG nas características superficiais e na resistência de união à cimentos resinosos

Celso Bernardo de Souza Filho - Ribeirão Preto, 2018.

48 f.: il. color.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Érica Alves Gomes.

Tese (doutorado) – Universidade de Ribeirão Preto, UNAERP, Odontologia, área de concentração: Implantodontia. Ribeirão Preto, 2018.

*Dedico essa dissertação, em especial à minha mãe **Zilda Angelo Biazzo de Souza**, pelo amor, carinho, dedicação, incentivo aos meus estudos, desde os primeiros passos e principalmente pela nossa formação.*

*Ao meu pai, **Celso Bernardo de Souza** (in memoriam), pelo carinho, dedicação e sobretudo pela lição de vida.*

*Aos meus irmãos, **Esmeralda Biazzo de Souza, Maristela Biazzo de Souza e Afonso Celso Biazzo de Souza**, pela grande admiração, amor, carinho e uma convivência harmoniosa.*

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha orientadora, **Profa. Dra. Érica Alves Gomes**, um exemplo de dedicação, paciência, perseverança e carinho ao me orientar.

À **Prof. Dra. Izabela Cristina Maurício Moris Rivera** a qual me ajudou imensamente durante todas as fases do nosso trabalho, auxiliando durante os experimentos e escrita da tese.

AGRADECIMENTOS

À Universidade de Ribeirão Preto, por meio da Magnífica Reitora **Profa. Elmara Lúcia de Oliveira Bonini**, por possibilitar meu desenvolvimento intelectual e profissional.

À coordenadora do Curso de Odontologia e Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, **Profa. Dra. Yara Terezinha Corrêa Silva Sousa**, por não medir esforços para a manutenção e pela constante evolução do programa *stricto sensu*. Pela oportunidade concedida e por contribuir para o meu crescimento profissional e intelectual.

Ao **Prof. Dr. Edson Alfredo**, coordenador do Curso de Odontologia quando do meu ingresso no doutorado, pela amizade, apoio e oportunidade.

Ao corpo docente do curso de Pós-graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto: **Profa. Dra. Andrea Marcia Marcaccini, Prof. Dr. Carlos Eduardo Saraiva Miranda, Profa. Dra. Danielle Cristine Furtado Messias, Prof. Dr. Edson Alfredo, Profa. Dra. Érica Alves Gomes, Profa. Dra. Fernanda Gonçalves Basso Lombardi, Prof. Dr. Fuad Jacob Abi Rached Junior, Profa. Dra. Graziela Bianchi Leoni, Profa. Dra. Izabela Cristina Mauricio Moris Rivera, Profa. Dra. Larissa Moreira S. C. Raucci, Prof. Dr. Paulo Esteves Pinto Faria, Prof. Dr. Silvio Rocha Corrêa da Silva, Prof. Dr. Walter Martins Junior, Prof. Dr. Walter Raucci Neto e Profa. Dra. Yara Terezinha Corrêa Silva Sousa**, pelos ensinamentos.

Aos professores e colegas do Curso de Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, **Profa. Dra. Ana Beatriz Silva Sousa, Profa. Dra. Delsa Deise Machetti Kanaan, Prof. Dr. Edvaldo Luiz Ramalli, Prof. Dr. João Felipe Bonatto Bruniera, Prof. Dr. José Antônio Brufato Ferraz, Prof. Me. José Carlos Dal Secco Leandrini, Prof. Me. José Roberto de Freitas, Prof. Dr. Luis José Florian, Profa. Dra. Marcelle Danelon, Prof. Dr. Rodolfo Jorge Boeck Neto, Prof. Dr. Rogério Martins de Azevedo, Prof. Me. Tabajara Sabbag, Prof. Dr. Vlamir Oliveira da Silva**, pelo companheirismo.

À todos os professores do Curso de Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto.

Aos colegas de turma de doutorado **Luciana Martins Domingues de Macedo, Fredson Márcio Acris de Carvalho e Paulo Henrique Muller Calderon** pela amizade e momentos de convivência.

À **Joana Neia Vieira, Marcela Euzébio Berti e Patricia Machado Riul**, secretárias da Pós-Graduação e às secretárias do Curso de Odontologia **Joice Alessandra Cerri da Costa e Fabíola Domenes de Sousa**, pela seriedade com que realizam o seu trabalho.

Aos funcionários da Clínica de Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, **Ana Claudia Vettore, Ana Paula Cestari, Angélica Aparecida Avelino de Andrade, Aparecida Urbano, Daniele Rangon, Evaldo Antonio Evangelista, Heloisa Silva Pacholani, Isabel Cristina de Faria Almici, Luiz Murilo de Oliveira, Katia Capelari, Natália Borges dos Reis, Rafaela Belga da Silva, Raquel Aparecida Lança Cazentini, Regina Lúcia Ramos, Roberta Helena Elias de Andrade Dantas, Thaís Martins Hennrich**, pela amizade, respeito e disposição de sempre ajudar.

Às funcionárias **Maria Aparecida Santana e Rosangela Tiraboschi Leal**, pelas conversas rotineiras e informais.

Ao Laboratório de Estudos Biomecânicos em Prótese e Implantes da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP-USP), em especial ao **Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro** e a especialista de laboratório **Dra. Adriana Cláudia Lapria Faria**, pelo suporte técnico, seriedade, profissionalismo e disponibilidade ao me receber.

Ao Laboratório de Pesquisa em Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP-USP), em especial a **Profa. Dra. Regina Guenka Palma Dibb** e a especialista de laboratório **Dra. Juliana Jendiroba Faraoni**, pela utilização do Microscópio Confocal a Laser (Processo FAPESP 2011/12901-7).

Ao químico **Lourivaldo dos Santos Pereira** do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (USP/FFCLRP) pelo auxílio técnico na difractometria de raios-X.

Ao técnico **Rodrigo Silva** do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (USP/FFCLRP) pelo auxílio técnico na microscopia eletrônica de varredura.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o tratamento de superfície da Y-TZP com laser de Er:YAG sob diferentes distâncias focais (1 mm, 4 mm e 7 mm) nas características de superfície e na resistência de união utilizando diferentes cimentos resinosos (contendo ou não MDP). Cento e vinte blocos (5,5 mm de comprimento × 5,0mm de largura × 3,0 mm de espessura de comprimento) de Y-TZP foram obtidos e divididos em 5 grupos de acordo com diferentes tratamentos de superfície (n = 24): CN: controle negativo - sem tratamento, CP: controle positivo - asperização com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, aplicação de laser de Er:YAG com distância focal de 1 mm (YAG-1), 4 mm (YAG-4) e 7 mm (YAG-7). Os blocos cerâmicos foram submetidos à análise de microdureza, rugosidade de superfície, micromorfologia e transformação de fase, antes e após o tratamento de superfície, por meio de microdureza Vickers, microscópio confocal a laser, difratometria de raios-X e microscopia eletrônica de varredura, respectivamente. Posteriormente, os grupos foram subdivididos em 2 subgrupos, de acordo com o cimento resinoso utilizado (CCmdp - cimento com MDP e CSmdp - cimento sem MDP) para a realização de ensaio de resistência de união. Os resultados da microdureza Vickers e microscopia confocal a laser foram analisados por meio do modelo linear de efeitos mistos e teste complementar de Bonferroni, com nível de significância de 5%. Para análise dos resultados de resistência de união foi realizada ANOVA a 2 fatores e teste complementar de Bonferroni, com nível de significância de 5%. Análises qualitativas da transformação de fase e micromorfologia antes e após tratamento de superfície e análise de falhas após resistência de união foram realizadas. A análise estatística mostrou não haver diferença na comparação intra e intergrupos para a microdureza ($p > 0,05$). Para a rugosidade de superfície houve diferença significativa intragrupo para CP, YAG-4 e YAG-7 ($p < 0,05$). Após os tratamentos superficiais, verificou-se diferença estatisticamente significativa na comparação intergrupos sendo que CP apresentou os maiores valores de rugosidade de superfície em relação aos demais grupos ($p < 0,05$). A análise qualitativa da morfologia de superfície mostrou características semelhantes entre os grupos CN, YAG-1, YAG-4 e YAG-7, sendo diferente do CP, que mostrou-se mais irregular. A análise de fases por DRX mostrou picos relacionados à dióxido de zircônio (ZrO_2) apenas na fase tetragonal para CN e picos de ZrO_2 tanto na fase tetragonal como na fase monoclinica para os demais grupos (CP, YAG-1, YAG-4 e YAG-7). As imagens de MEV da superfície da Y-TZP mostraram diferenças micromorfológicas entre os grupos. Para a resistência de união, a análise estatística revelou diferença significativa entre os tratamentos superficiais ($p < 0,05$), sendo que CP mostrou maiores valores ($p < 0,05$) e menores valores foram verificados para YAG-4 e YAG-7 ($p < 0,05$). Porém, não foi verificada diferença em relação aos cimentos estudados e na interação entre os fatores tratamentos superficiais × cimento ($p > 0,05$). A análise de falhas mostrou predominância de falhas mistas e adesivas, sendo que os grupos CN, CP e YAG-1 apresentaram maior porcentagem de falhas mistas comparada aos grupos YAG-4 e YAG-7. Sendo assim, pode-se concluir que o CP evidenciou melhores características superficiais do material, como topografia e transformação de fase, em relação aos grupos submetidos à irradiação com laser de Er:YAG, independentemente da distância focal; a presença do MDP na composição do cimento resinoso não teve influência na resistência de união, sendo que esta resistência foi favorecida pelo tratamento superficial utilizando o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica.

Palavras-chave: Cerâmica. Lasers. Propriedades de superfície. Cimentos de resina. Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the surface treatment of the Y-TZP with Er: YAG laser under different focal distance (1 mm, 4 mm, and 7 mm) on the surface characteristics and bond strength using different resin cements (containing or not MDP). One hundred and twenty blocks (5.5 mm length × 5.0 mm wide × 3.0 mm thick) of Y-TZP were obtained and divided into 5 groups according to different surface treatments (n = 24) : CN: negative control - no treatment, CP: positive control - airborne-particle abrasion with silica-coated aluminum oxide particles, Er: YAG laser application with focal distance of 1 mm (YAG-1), 4 mm (YAG-4), and 7 mm (YAG-7). The ceramic blocks were submitted to microhardness, surface roughness, micromorphology, and phase transformation analysis, before and after surface treatment, using Vickers microhardness, laser confocal microscopy, X-ray diffractometry and scanning electron microscopy, respectively. Subsequently, the groups were subdivided into 2 subgroups according to the resin cement used (CCmdp - cement with MDP and CSmdp - cement without MDP) to perform a bond strength test. The results of Vickers microhardness and laser confocal microscopy were analyzed using the mixed effects linear model and Bonferroni complementary test, with significance level of 5%. For bond strength, 2-way ANOVA and Bonferroni complementary test were performed, with a significance level of 5%. Qualitative analyzes of phase transformation and micromorphology before and after surface treatment and failure analysis after bond strength were performed. Statistical analysis showed no difference in intra- and intergroup comparisons for microhardness ($p > 0.05$). For surface roughness there was a significant intragroup difference for CP, YAG-4, and YAG-7 ($p < 0.05$). After the surface treatments, there was a statistically significant difference in the intergroup comparison, with CP showed the highest surface roughness values in relation to the other groups ($p < 0.05$). The qualitative analysis of the surface morphology showed similar characteristics between the groups CN, YAG-1, YAG-4, and YAG-7, being different from CP, which was more irregular. X-ray diffraction (ZrO_2) was observed only in the tetragonal phase for CN and ZrO_2 peaks in both the tetragonal and monoclinic phases for the other groups (CP, YAG-1, YAG-4, and YAG -7). SEM images of the Y-TZP surface showed micromorphological differences between the groups. For the bond strength, the statistical analysis showed a significant difference between the surface treatments ($p < 0.05$); CP showed higher values ($p < 0.05$), and lower values were verified for YAG-4 and YAG-7 ($p < 0.05$). However, no difference was observed in relation to the cements studied and in the interaction between the surface treatments × cement ($p > 0.05$). The failure analysis showed a predominance of mixed and adhesive failures, and the CN, CP, and YAG-1 groups had a higher percentage of mixed failures compared to the YAG-4 and YAG-7 groups. Thus, it can be concluded that the CP showed better material surface characteristics, such as topography and phase transformation, in relation to the groups submitted to irradiation with Er: YAG laser, regardless of the focal distance; the presence of MDP in the composition of the resin cement had no influence on the bond strength, and this resistance was favored by surface treatment using sandblasting with aluminum oxide particles coated with silica.

Key-words: Ceramics. Surface Properties. Lasers. Resin cements. Shear strength.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 PROPOSIÇÃO	16
3 MATERIAL E MÉTODOS	17
3. 1 DELINEAMENTO DO ESTUDO.....	17
3. 2 OBTENÇÃO DOS BLOCOS EM Y-TZP.....	20
3. 3 INCLUSÃO DAS AMOSTRAS.....	21
3. 4 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE.....	23
3. 5 MICRODUREZA VICKERS.....	24
3. 6 RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE EM MICROSCOPIO CONFOCAL A LASER.....	25
3. 7 AVALIAÇÃO DAS FASES DA Y-TZP POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X (DRX).....	25
3. 8 AVALIAÇÃO MICROMORFOLÓGICA POR MEIO DE MEV.....	26
3. 9 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS PARA O TESTE DE CISALHAMENTO.....	26
3. 10 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MEIO DE TESTE DE CISALHAMENTO.....	30
3. 11 ANÁLISE DE FALHAS.....	30
3. 12 ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	31
4 RESULTADOS	32
4. 1 AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA VICKERS.....	32
4. 2 AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE EM MICROSCÓPIO CONFOCAL A LASER.....	32
4. 3 AVALIAÇÃO DA MORFOLOGIA DE SUPERFÍCIE EM MICROSCÓPIO CONFOCAL A LASER.....	33
4. 4 AVALIAÇÃO DAS FASES DA Y-TZP POR DRX.....	34
4. 5 AVALIAÇÃO MICROMORFOLÓGICA POR MEIO DE MEV.....	35
4. 6 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO.....	36
4.7 ANÁLISE DE FALHAS.....	37
5 DISCUSSÃO	38
6 CONCLUSÕES	43
REFERÊNCIAS	44

1. INTRODUÇÃO

Para a reabilitação oral, as cerâmicas constituem a principal alternativa de material restaurador, proporcionando características estéticas naturais para restaurar tanto a estrutura dental como os implantes dentários (DENRY; KELLY, 2008), uma vez que possuem propriedades ópticas favoráveis, como semelhança aos tecidos dentais, radiopacidade, estabilidade de cor, biomimetismo além de adequada estabilidade química e biocompatibilidade (BELLI et al., 2014; SANTOS et al., 2015; SHAHMIRI et al., 2018).

As cerâmicas são compostas por elementos metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, potássio, sódio, lantânio, estanho, titânio e zircônia) e não metálicos (silício, boro, flúor e oxigênio) e caracterizadas estruturalmente por uma fase cristalina circundada por uma fase vítrea, sendo que a distribuição quantitativa entre essas fases determinam suas propriedades mecânicas, químicas e ópticas (KELLY, 1999). São materiais que, além das características estéticas favoráveis, possuem baixa densidade, dureza elevada, boa resistência ao desgaste e baixo acúmulo de biofilme (DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004). No entanto, por serem um material friável, são frágeis e apresentam baixa resistência mecânica, o que as tornam susceptíveis à ocorrência de trincas e fraturas durante sua utilização (ABOUSHELIB; WANG, 2010). Conseqüentemente, tais características podem levar à necessidade de substituição precoce do elemento restaurado comprometendo seu desempenho clínico.

Diversos materiais cerâmicos têm sido desenvolvidos durante as últimas décadas, visando melhorar as propriedades mecânicas da cerâmica, o que tem se tornado possível com a adição de partículas de carga à sua composição (KELLY; BENEDETTI, 2011). Em contrapartida, o aumento da fase cristalina leva a uma redução da translucidez da peça protética (KELLY; BENEDETTI, 2011). Assim, coadjuvar as duas propriedades do material é a chave para o sucesso estético e mecânico (SILVA et al., 2014).

Na busca em aumentar ainda mais a resistência das restaurações livres de metal, surgiram as cerâmicas policristalinas, às quais apresentam melhores propriedades mecânicas em função do aumento em número e uniformidade dos cristais, sendo que a zircônia tetragonal policristalina (“TZP”) é a mais utilizada. A zircônia possui três fases cristalográficas: em temperatura ambiente apresenta estrutura cristalina monoclinica estável

até 1.170°C e, entre esta temperatura até 2.370°C, apresenta fase tetragonal e, acima de 2.370°C, apresenta fase cúbica permanecendo estável até que atinja o seu ponto de fusão. Quando do processo inverso, o resfriamento da zircônia, a partir de altas temperaturas, faz com que haja alterações em sua estrutura, ocorrendo transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica por volta de 950°C. Esta transformação está acompanhada por aumento substancial em seu volume (3 a 5%), o que pode levar à ocorrência de falhas catastróficas (SILVA, 2015; SHAHMIRI et al., 2018), que é conhecido como processo de degradação a baixas temperaturas (HARADA et al., 2016).

A fim de evitar estas falhas, óxidos estabilizantes tais como CaO, MgO, Y₂O₃ ou CeO₂ são adicionados em sua composição para formar um material policristalino mais estável, como a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (Y-TZP), o que, do ponto de vista mecânico, é muito importante, por eliminar a indução de tensão devido à transformação tetragonal-monoclinica prevenindo, desta forma, a propagação de trincas, fato comumente observado nas cerâmicas de maneira geral (DENRY; KELLY, 2008; PASSOS et al., 2014; SILVA et al., 2017; SHAHMIRI et al., 2018).

A Y-TZP tem sido cada vez mais utilizada na Odontologia com a finalidade de garantir adequado suporte para as restaurações livres de metal, devido às suas excelentes características biomecânicas, tais como: elevado valor de tenacidade à fratura e resistência à fratura, biocompatibilidade, além de proporcionar estética satisfatória (DENRY; KELLY, 2008; MIYAZAKI et al., 2013). No entanto, a Y-TZP por apresentar elevado teor cristalino e ausência de sílica em sua estrutura, apresenta baixa adesão ao cimento resinoso quando comparada às cerâmicas vítreas (MENANI et al., 2014). Desta forma, devido a sua inércia ao condicionamento ácido e baixa reatividade química (MAY et al., 2010; PASSOS et al., 2010), não responde bem aos métodos tradicionais de silanização empregado em outros materiais cerâmicos, sendo considerada uma desvantagem da Y-TZP (DIAS et al., 2012; SILVA et al., 2014).

Para solucionar esse problema e obter uma adesão durável a longo prazo na interface Y-TZP / cimento, deve-se haver retenção micromecânica e união química entre os materiais (INOKOSHI et al., 2013; DE SOUZA et al., 2014). Várias técnicas têm sido sugeridas e, incluem métodos de tratamento da superfície, a exemplo do jateamento da Y-TZP com

partículas de óxido de alumínio, revestidas ou não por sílica, que tem sido considerado como tratamento padrão (INOKOSHI et al., 2013; SCIASCI et al., 2015; OTANI et al., 2015).

O jateamento com partículas de óxido de alumínio é um procedimento simples, funcional e rotineiramente utilizado para remover as camadas de contaminantes, aumentando assim a retenção micromecânica entre o cimento resinoso e a restauração cerâmica (VALANDRO et al., 2006). Geralmente, no jato são utilizadas partículas de óxido de alumínio, que podem ou não ser revestidas por sílica (CURTIS; WRIGHT; FLEMING, 2006), com tamanhos variando entre 25 μm a 250 μm (BOTTINO et al., 2005). Quando as partículas são revestidas por sílica, o procedimento é conhecido como tratamento triboquímico (CHEN; KLEVERLAAN; FEILZER, 2012).

A deposição de sílica na superfície de ligação Y-TZP / cimento, associada a partículas de alumina revestidas com óxido de silício, seguido pela aplicação de agentes de ligação silano é conhecida como processo de silicatização (MAY et al., 2010; PASSOS et al., 2010). Tal procedimento permite a deposição de um fino filme de sílica que, além de criar microretenções, altera quimicamente a superfície, tornando-se mais favorável a reação com um agente silano (MAY et al., 2010; PASSOS et al., 2010; SCIASCI et al., 2015).

Outra técnica promissora para o tratamento superficial da Y-TZP é a irradiação com lasers de alta potência (KIRMALI; AKIN; KAPDAN, 2014; MIRHASHEMI et al., 2017; KURTULMUS et al., 2018). A luz laser se propaga em comprimentos de onda específicos em um padrão previsível, cor única e paralelo, o que o caracteriza por apresentar propriedades de coerência, monocromaticidade e colimação. Durante a irradiação, a energia da luz é convertida em calor e sua absorção na superfície alvo provoca um processo chamado de fotoablação por vaporização (COLUCCI et al., 2009), causando microexplosões suficientes para ejetar o substrato adjacente (SILVA, 2015) e promover alterações na topografia superficial (MIRHASHEMI et al., 2017).

Existem alguns tipos de lasers conhecidos na Odontologia, como o laser de érbio: ítrio-alumínio-granada (Er:YAG) (2940 ηm), laser de érbio, cromo: ítrio, escândio, gálio e granada (Er,Cr:YSGG) (2780 ηm), laser de neodímio: ítrio-alumínio-granada (Nd:YAG) (1064 ηm), laser de dióxido de carbono (CO_2) (10600 ηm), laser de diodo (980 ηm) e o femtosecond laser (532 ηm). A interação do laser ao substrato está diretamente relacionada ao seu comprimento de onda. Assim, o laser de Er:YAG tem se destacado devido à sua fácil

execução, modo relativamente seguro para modificar a superfície do material e versatilidade na clínica odontológica (GOMES et al., 2015), podendo ser indicado com segurança e eficácia em diversos procedimentos, como condicionamento de esmalte e dentina (FOXTON et al., 2011), além de ter aplicação em remoção de tecido cariado e preparo cavitário (AKYIL et al., 2010; SUBASI; INAN, 2012; KARA et al., 2015; MIRHASHEMI et al., 2017). Adicionalmente, tem sido indicado para o condicionamento superficial de materiais dentários (CAVALCANTI et al., 2009a; DEMIR; SUBASI; INAN, 2012; KIRMALI; AKIN; KAPDAN, 2014), visando aumentar a rugosidade de superfície para obtenção de adequada resistência de união entre o material e o agente de cimentação (BARBOSA SIQUEIRA et al., 2016; GOMES et al., 2018).

A energia do feixe de laser é absorvida pela superfície da cerâmica, criando um processo de indução de calor que produz rupturas em forma de lasca na superfície do material, aumentando a rugosidade e, conseqüentemente, proporcionando intertravamento micromecânico para maior aderência (KHAN et al., 2017). Estudos mostraram que parâmetros associados a potência do laser, o nível de energia e duração do pulso são cruciais para o intertravamento micromecânico e influenciam diretamente a resistência de união (CAVALCANTI et al., 2009a; TURP et al., 2014; ÇAGLAR et al., 2016; DEDE et al., 2016; SILVA et al., 2017). Adicionalmente, sabe-se que a distância focal está diretamente relacionada com a quantidade de energia que incidirá sobre a superfície do substrato, sendo que, quando o laser é aplicado sobre o esmalte dental em diferentes distâncias focais, pode provocar ablação da superfície, fusão ou apenas alteração da hidroxiapatita (CORONA et al., 2005). No entanto, tal parâmetro e sua interação com a superfície da zircônia ainda não foi investigado na literatura.

Apesar da utilização do laser de Er:YAG ter sido estudada como alternativa para o tratamento de superfície da Y-TZP (CAVALCANTI et al., 2009a; CAVALCANTI et al., 2009b, AKYIL et al., 2010; AKIN et al., 2011; LIN et al., 2013, ARAMI et al., 2014; KIRMALI; AKIN; KAPDAN, 2014; TURP et al., 2014; ÇAGLAR et al., 2016; DEDE et al., 2016; SILVA et al., 2017), os resultados obtidos nos diferentes estudos apresentam-se contraditórios (MIRHASHEMI et al., 2017). Ainda não há consenso sobre a interação do laser de Er:YAG com a superfície cerâmica (ÇAGLAR et al., 2016), não havendo evidências científicas suficientes que comprovem que, após a aplicação do laser sobre a superfície, a

mesma manterá suas características permanentemente, com ausência de transformação de fase do material (YILMAZ-SAVAS et al., 2016). Pelo contrário, alguns estudos mostram que os lasers podem causar alterações morfológicas e estruturais na superfície da cerâmica (GOMES et al., 2015).

Outra abordagem para melhorar a força de união da Y-TZP ao substrato é desenvolver uma interação química entre sua superfície e os monômeros da resina utilizados como agentes de cimentação (SOUZA et al., 2014). Sabe-se que a ligação química para as cerâmicas policristalinas envolve o uso de vários acopladores (MAGNE; PARANHOS; BURNETT, 2010). A literatura evidencia que a incorporação de metacrilato de bisfenol-A diglicidil (Bis-GMA) em primers não tem efeito sobre o ângulo de contato ou a resistência de união entre superfície de zircônia abrasionada e resina (SCIASCI et al., 2015). No entanto, associadamente ao tratamento da superfície das cerâmicas à base de zircônia tem sido utilizada a aplicação de primers e cimentos resinosos que contenham em sua composição o monômero fosfatado 10- metacriloiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP).

O MDP parece produzir ligações hidrotermicamente estáveis entre o compósito e Y-TZP, estabelecendo uma ligação mais efetiva entre os grupos ácidos de MDP (ácido fosfórico) com os grupos hidroxila dos óxidos metálicos da zircônia, com ou sem pré-tratamento da superfície, desenvolvendo uma união durável (SHIN et al., 2014; SOUZA et al., 2014; SAMIMI et al., 2015; SCIASCI et al., 2015; KHAN et al., 2017).

Embora o uso da zircônia esteja, atualmente, bem estabelecido, não há um consenso sobre o protocolo ideal para a cimentação adesiva destas peças protéticas (MENANI et al., 2014). Durante os últimos anos, os estudos têm se concentrado na busca por diferentes estratégias para se obter adequada cimentação adesiva para as cerâmicas policristalinas. Entretanto, a ausência de conteúdo de sílica na composição deste tipo de cerâmica dificulta o alcance deste objetivo (SAMIMI et al., 2015).

Diante do exposto, fica evidente que novas técnicas de modificação de superfície visando aumentar a rugosidade superficial e, conseqüentemente, aumentando a retenção micromecânica, abriram uma infinidade de opções de tratamento superficial para a Y-TZP. No entanto, não há consenso sobre o efeito destes procedimentos e as possíveis alterações a que a cerâmica pode ser submetida. Adicionalmente, sabe-se que os tratamentos de superfície por si só não são suficientes para gerar uma ligação confiável a longo prazo entre o cimento

resinoso e a Y-TZP, o que torna imperativa a combinação de métodos pré-tratamento (KHAN et al., 2017). Assim, como não está claro na literatura se o laser de Er:YAG pode causar alterações morfológicas e estruturais na superfície da Y-TZP, bem como se há influência do cimento resinoso na resistência de união da Y-TZP.

2. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar o tratamento de superfície da Y-TZP com laser de Er:YAG sob diferentes distâncias focais (1 mm, 4 mm e 7 mm) nas características de superfície e na resistência de união à diferentes cimentos resinosos (contendo ou não MDP).

Objetivos específicos

- 1- Avaliar a microdureza Vickers, rugosidade e micromorfologia de superfície da Y-TZP antes e após os tratamentos superficiais por meio de ensaio de microdureza, microscopia confocal a laser e microscopia eletrônica de varredura (MEV), respectivamente.
- 2- Avaliar a resistência de união da Y-TZP após os tratamentos superficiais utilizando cimentos resinosos contendo ou não MDP, por meio de teste de cisalhamento.
- 3- Avaliar qualitativamente os padrões de falha da Y-TZP após teste de cisalhamento por meio de lupa estereoscópica.

Hipótese nula

As hipóteses nulas deste estudo são: 1) os tratamentos de superfície não afetariam as características de superfície da Y-TZP, 2) os tratamentos de superfície associados aos cimentos resinosos não afetariam na resistência de união da Y-TZP.

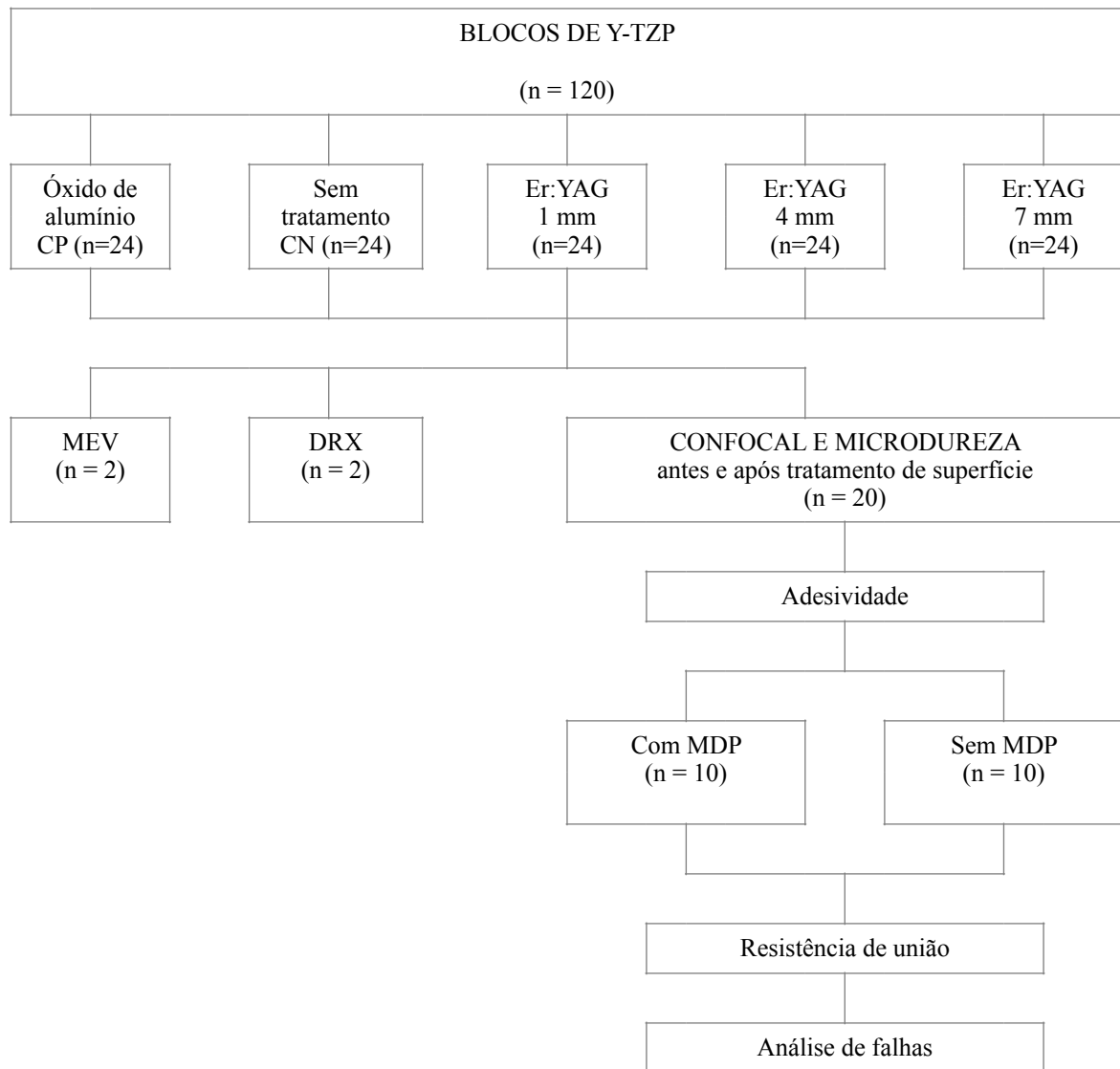
3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Delineamento do estudo

Este estudo foi dividido em 2 etapas, sendo que na primeira avaliou-se as características de superfície da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (Y-TZP) frente ao tratamento de superfície em 5 níveis (sem tratamento de superfície - controle negativo), abrasão com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica - controle positivo), irradiação com laser de Er:YAG aplicado à distância de 1 mm, irradiação com laser de Er:YAG aplicado à distância de 4 mm e, irradiação com laser de Er:YAG aplicado à distância de 7 mm. As variáveis de resposta quantitativas foram microdureza Vickers (HV) e rugosidade de superfície (μm) e as qualitativas foram as características micromorfológicas e alterações de fase (Figura 1).

Na segunda etapa verificou-se a influência dos tratamentos de superfície da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (Y-TZP) na resistência de união de cimentos resinosos em 2 níveis (cimento resinoso autoadesivo com 10-MDP e cimento resinoso autoadesivo sem 10-MDP) por meio de teste de cisalhamento (Tabela I). A variável de resposta quantitativa foi a resistência de união (MPa) e qualitativa o modo de falha (Figura 1).

Figura 1. Fluxograma do experimento



Fonte: Autor.

Tabela I. Materiais, composição, fabricante e lote

Materiais	Composição	Fabricante	Lote
IPS e.max ZirCAD B40L/3Stk. Yttrium-stablized zirconium oxide ceramic CAD/CAM blocks	ZrO ₂ : 87-95% Y ₂ O ₃ : 4-6% HfO ₂ : 1-1,5% Al ₂ O ₃ : 0-1%	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha	K54200
Panavia F2.0 Pasta A	10 Metacrilóiloxidecil de Hidrogênio Fosfatado Dimetacrilato aromático hidrofóbico Dimetacrilato alifático hidrofóbico Dimetacrilato alifático hidrofílico Partículas de sílica sinalizada Sílica coloidal sinalizada dl-Canforoquinona Catalisadores Iniciadores	Kuraray Noritake Dental Inc.	7B0166
Panavia F2.0 Pasta B	Dimetacrilato aromático hidrofóbico Dimetacrilato alifático hidrofóbico Dimetacrilato alifático hidrofílico Partículas de vidro de bário sinalizado Tratamento de superfície com fluoreto de sódio Catalisadores Aceleradores Pigmentos		7A0040
RelyX U200 Pasta base	Pó de vidro tratado com silano Ácido 2-propenóico 2-metil 1,1-(1-(hidroximetil)-1,2-ethanodiy) éster Dimetacrilato de trietileno glicol (TEG-DMA) Sílica tratada com silano Fibra de vidro Persulfato de sódio Per-3,5,5-trimetilhexanoato t-butila	3M Deutschland Alemanha	662413
RelyX U200 Pasta catalisadora	Pó de vidro tratado com silano Dimetacrilato substituto Sílica tratada com silano p-toluenosulfonato de sódio 1-benzil-5-fenil-ácido bórico Sais de cálcio 1,12-dodecano dimetacrilato Hidróxido de cálcio Hidróxido de titânio		
RelyX Agente Silano Ceramic Primer	Álcool etílico Água Metacrilato de 3 trimetoxissilipropilo	3M Company	N878550
Adper Scotchbond Multiuso Plus	Bismetacrilato de (1-metiletilideno)bis(4,1-fenilenooxi)2-hidroxi-3,1-propanodilo Metacrilato de 2-hidroxietila Peróxido de benzoíla	3M Company	N825502

3.2 Obtenção dos blocos em Y-TZP

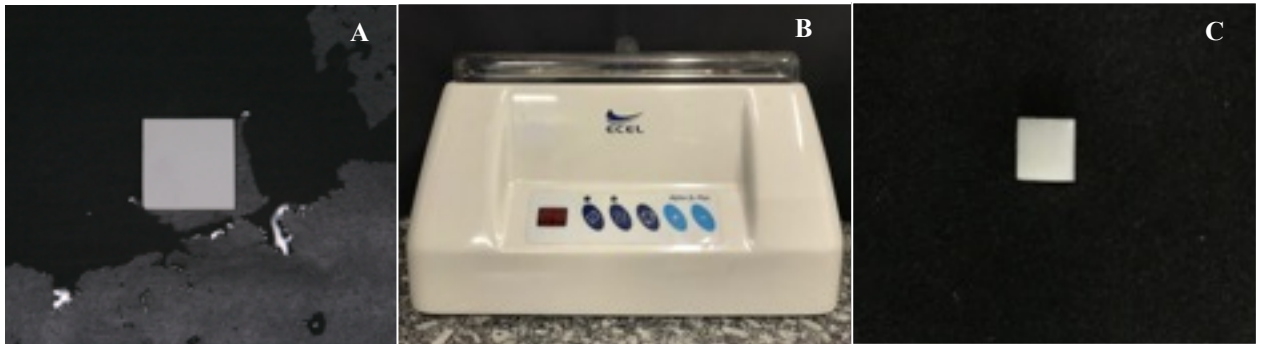
Blocos cerâmicos de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) pré-sinterizados (IPS emax ZirCAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram seccionados com o auxílio de disco diamantado (15LC, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) em baixa velocidade em cortadeira elétrica de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) a fim de obter 120 blocos com dimensões de 7,0 mm de comprimento \times 6,5 mm de largura \times 4,0 mm de espessura (Figura 2), os quais foram polidos utilizando lixas metalográficas de granulação 600 e 1200 SiC (3M, St. Paul, MN, EUA), limpas ultrasonicamente (Alpha 3L Plus, Ecel, Ribeirão Preto, SP, Brasil) em banho de etanol isopropílico por 10 min e submetidas ao processo de sinterização (inFire HTC Speed, Sirona Dental Systems, GmbH, Alemanha), de acordo com a recomendação do fabricante (Tabela II). As dimensões finais dos blocos foram 5,5 mm de comprimento \times 5,0 mm de largura \times 3,0 mm de espessura, visto que o material sofre contração de aproximadamente 20 % durante o processo de sinterização (Figura 3).

Figura 2. Obtenção dos blocos cerâmicos: (A) bloco cerâmico de zircônia (Y-TZP), (B) secção dos blocos, (C) bloco seccionado com dimensões de 7,0 mm de comprimento \times 6,5 mm de largura \times 4,0 mm de espessura.



Fonte: Autor.

Figura 3. A. Polimento das amostras, B. Limpeza ultrassônica, C. Bloco sinterizado apresentando dimensões de 5,5 mm de comprimento \times 5,0 mm de largura \times 3,0 mm de espessura.



Fonte: Autor.

Tabela II. Parâmetros utilizados para a sinterização das amostras

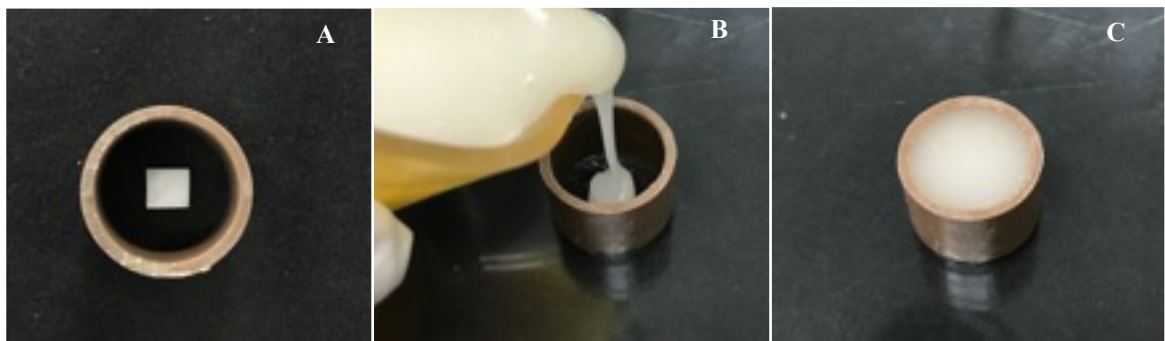
Parâmetros	Y-TZP
Temperatura inicial	403 oC
Tempo de fechamento	6:00 min
Acréscimo de temperatura – t	90 oC / min
Temperatura de queima – T	820 oC
Tempo de manutenção – H	0:10 min
Acréscimo de temperatura – t	30 oC / min
Temperatura de queima – T	840 oC
Tempo de manutenção – H	7:00 min
Vácuo 1: 1	550 oC
Vácuo 1: 2 / 2	820 oC / 1508 oC
Resfriamento lento – L	700 oC

3.3 Inclusão das amostras

Cem blocos de Y-TZP foram incluídos em material à base de resina acrílica incolor autopolimerizável (Clássico Produtos Odontológicos, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil) com auxílio de tubos cilíndricos de PVC (Tigre S.A., Joinville, SC, Brasil) com 20,0 mm de diâmetro \times 20,0 mm de altura. Os blocos cerâmicos foram posicionados à uma placa de vidro despolida de 20 mm de espessura (JON Comércio de Produtos Odontológicos, São Paulo, SP,

Brasil) e o cilindro de PVC foi posicionado e centralizado sobre o bloco. Na sequência, a resina acrílica autopolimerizável foi proporcionada e manipulada de acordo com as instruções do fabricante, sendo que, ainda na fase arenosa, foi vertida no cilindro de PVC, até completar toda a extensão do mesmo (Figura 4). Durante o período de polimerização da resina acrílica, a amostra foi submersa em água destilada objetivando evitar alterações dimensionais durante a reação exotérmica.

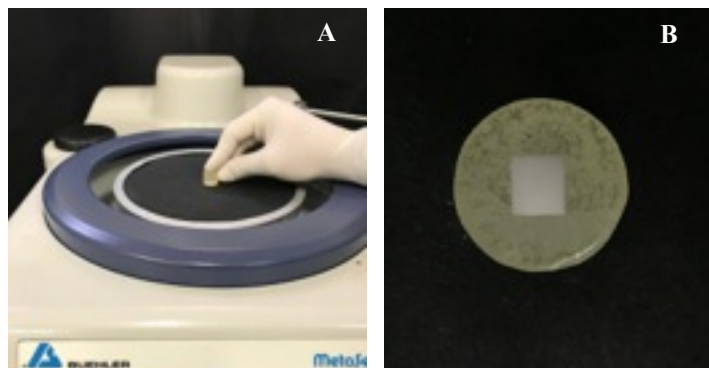
Figura 4. Inclusão dos blocos cerâmicos: (A) bloco sinterizado centralizado no tubo de PVC, (B) vazamento da resina acrílica no tubo de PVC sobre o bloco de Y-TZP, (C) amostra incluída



Fonte: Autor.

A superfície exposta da cerâmica, incluída no tubo de PVC, foi polida em politriz metalográfica (MetaServ 250, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) com o auxílio de lixas metalográficas de granulação 600 e 1200 SiC (3M, St. Paul, MN, EUA) (Figura 5). Posteriormente, as amostras foram imersas em etanol isopropílico e limpas por vibração ultrassônica durante 10 minutos.

Figura 5. (A) Polimento do bloco em Y-TZP (B) cerâmica polida



Fonte: Autor.

3.4. Tratamento de superfície

Todos os blocos cerâmicos, 100 incluídos em tubos de PVC e 20 não incluídos, foram aleatoriamente divididos em 5 grupos de estudo (n = 24), de acordo com os diferentes tratamentos de superfície:

- 1- CN (controle negativo): sem tratamento de superfície.
- 2- CP (controle positivo): abrasão com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (110 μm) (Rocatec, 3M/ESPE, Seefeld, Alemanha), aplicado perpendicularmente na superfície, com distância de 10 mm durante 10 s, sob pressão de 2,8 bar.
- 3- YAG-1: irradiação da Y-TZP com laser de érbio: ítrio-alumínio-granada (Er:YAG) 2940 nm (Fotona, Fidelis, Ljubljana, Slovenia) aplicado a 1 mm de distância da superfície.
- 4- YAG-4: irradiação da Y-TZP com laser de érbio: ítrio-alumínio-granada (Er:YAG) 2940 nm aplicado a 4 mm de distância da superfície.
- 5- YAG-7: irradiação da Y-TZP com laser de érbio: ítrio-alumínio-granada (Er:YAG) 2940 nm aplicado a 7 mm de distância da superfície.

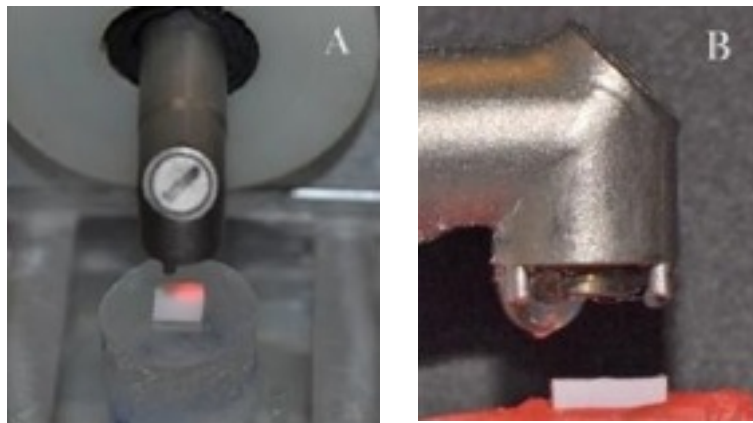
A descrição dos parâmetros do laser utilizado para cada grupo neste experimento está disposta na (Tabela III).

Tabela III. Parâmetros do laser

Parâmetros	Grupos		
	YAG-1	YAG-4	YAG-7
Distância focal	1 mm	4 mm	7 mm
Fluxo de água	7 ml/min / 40 % ar	7 ml/min / 40 % ar	7 ml/min / 40 % ar
Frequência	10 Hz	10 Hz	10 Hz
Energia/pulso	200 mJ	200 mJ	200 mJ
Duração do pulso	600 μs	600 μs	600 μs
Tempo de aplicação	20 s	20 s	20 s
Modo de aplicação	Não contato com ponta de safira MG6	Não contato com ponta de safira MG6	Não contato com ponta de safira MG6

A irradiação foi realizada com o auxílio de um dispositivo que promove a fixação da caneta do equipamento, de tal maneira que o feixe de laser foi aplicado à superfície do bloco, a uma distância de trabalho constante do local de destino, aferida por meio de régua milimetrada entre a base da caneta e a superfície da Y-TZP. A amostra foi fixada com cera (COLUCCI et al., 2009) a uma base semi-ajustável, que foi movimentada no sentido látero-lateral durante o procedimento de irradiação para padronização do mesmo (Figura 6).

Figura 6. Bloco cerâmico sendo irradiado. (A) vista superior (B) vista lateral



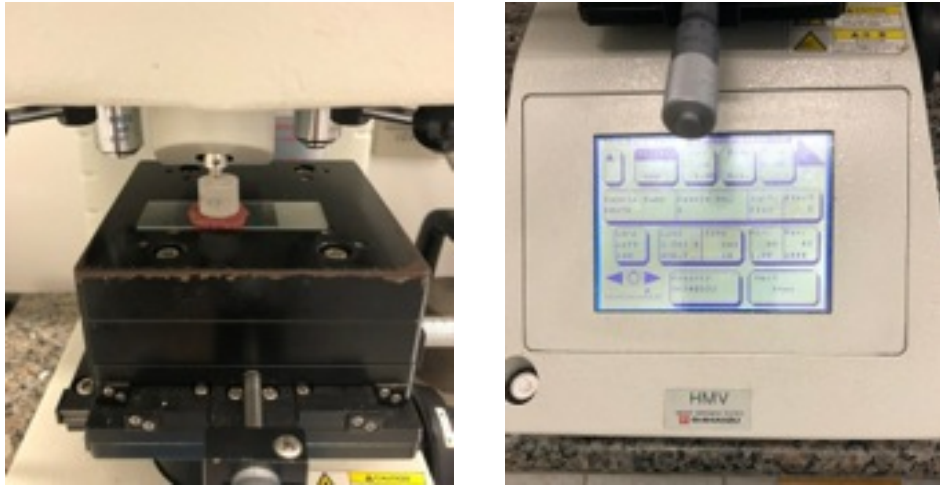
Fonte: Autor.

Posteriormente ao tratamento de superfície, todas as amostras foram imersas em álcool isopropílico e limpas por vibração ultrassônica (Alpha 3L Plus, Ecel, Ribeirão Preto, SP, Brasil) durante 10 minutos.

3.5 Microdureza Vickers

A microdureza Vickers foi avaliada na área central da amostra, antes e após os diferentes tratamentos superficiais, em 20 amostras de cada grupo por meio de microdurômetro da série HMV-2 (Shimadzu Corp., Kyoto, Japão) (Figura 7), sendo realizadas 5 mossa equidistantes por amostra, utilizando penetrador com diamante Vickers piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre planos. A carga aplicada foi de 300 g, por 20 segundos. Os resultados foram fornecidos pelo próprio aparelho, após medição das diagonais das mossa produzidas para cada amostra (Figura 7). A média aritmética da microdureza Vickers (HV) foi determinada para cada amostra e, posteriormente, para cada grupo.

Figura 7. Avaliação da microdureza Vickers: (A) medida da microdureza Vickers (B) resultado da microdureza Vickers



Fonte. Autor

3.6 Rugosidade de superfície em microscópio confocal a laser

A análise em microscópio confocal por varredura à laser (LEXT OLS4000, Olympus, Waltham, MA, EUA) foi realizada em 20 amostras de cada grupo visando avaliar a morfologia e rugosidade média de superfície (μm), antes e após os diferentes tratamentos superficiais. As amostras foram posicionadas no microscópio de modo que a superfície teste ficasse paralela à superfície da objetiva, sendo que as imagens foram capturadas com aumento de $50\times$ e precisão de registro de $0,2\ \mu\text{m}$. O microscópio utilizado foi acoplado a um programa (OLS4000, Olympus, Massachusetts, EUA) que permitiu a mensuração da rugosidade superficial de forma linear e em áreas determinadas. A área central da amostra ($500\ \mu\text{m}^2$) foi selecionada para a realização das mensurações de rugosidade linear, permitindo analisar a rugosidade média da superfície (R_a) do material cerâmico, expressa como valor numérico (μm). Cinco medições equidistantes foram realizadas para cada amostra. As mensurações foram conduzidas por um único examinador calibrado, independente e cego em relação aos grupos experimentais. Uma imagem representativa para cada grupo foi selecionada levando em consideração as semelhanças e padrões repetitivos.

3.7 Avaliação das fases da Y-TZP por difratometria de raios-X (DRX)

Para caracterização microestrutural das fases da zircônia submetida aos diferentes tratamentos de superfície, foram utilizadas duas amostras de cada grupo, não incluídas ao tubo de PVC. As amostras foram levadas ao difratômetro de raios-X (D2 Phaser, Bruker,

Karlsruhe, Alemanha) onde foram devidamente posicionadas para as leituras. Os escaneamentos das amostras possuíram as seguintes características: anodo de cobre com emissão $K_{\alpha 1}$ (1,54060 Å), potência de 30 kV, corrente de 10 mA, faixa de varredura 2θ de 10° a 80° , passo angular de $0,05^{\circ}$, tempo por passo de 0,5 s, rotação da amostra de 7 rpm e detector LynxEye.

3.8 Avaliação micromorfológica por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para analisar qualitativamente a micromorfologia da superfície da zircônia após os diferentes tratamentos de superfície, duas amostras de cada grupo, não incluídas em tubos de PVC, foram utilizadas. A superfície de cada amostra foi submetida ao processo de metalização (SCD 050, Bal-Tec, Fürstentum, Liechtenstein) com tempo de recobrimento com ouro por 120 segundos, sob 0,1 mbar de vácuo e, posteriormente, avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (EVO 50, Carl Zeiss, Cambridge, UK), contraste topográfico, vácuo de 3×10^{-5} Torr. Foram utilizados aumentos de $1500 \times$, $5000 \times$, $20000 \times$ e $50000 \times$.

3.9 Confeção das amostras para o teste de cisalhamento

Para a realização do teste de resistência de união, cilindros de cimento resinoso foram confeccionados sobre a superfície de zircônia previamente incluída em resina acrílica e submetida aos diferentes tratamentos superficiais, conforme descrito anteriormente. As amostras submetidas aos diferentes tratamentos superficiais foram subdivididas em 2 subgrupos, de acordo com o cimento resinoso ($n = 10$): CCmdp - cimento resinoso autoadesivo com 10-MDP (Panavia F 2.0, Kuraray Medical, Tóquio, Japão) e CSmdp - cimento resinoso autoadesivo sem 10-MDP (RelyX U200, 3M/ESPE, St Paul, MN, EUA) (Figura 8).

Figura 8. Cimentos utilizados: (A) cimento Panavia F 2.0 (B) cimento RelyX U200



Fonte: Autor.

Previamente à confecção dos cilindros do cimento resinoso autoadesivo sem 10-MDP, as superfícies de zircônia submetidas aos diferentes tratamentos de superfície foram submetidas ao processo de silanização, sendo feita a aplicação de silano (RelyX ceramic primer, 3M/ESPE, St Paul, MN, EUA) por 1 min, remoção dos excessos com jatos de ar por 5 s e aplicação do catalisador do sistema adesivo (Scotchbond Multiuso Plus, 3M/ESPE, St Paul, MN, EUA) (Figura 9), que também foi seco com jatos de ar por 5 s, de acordo com as instruções do fabricante.

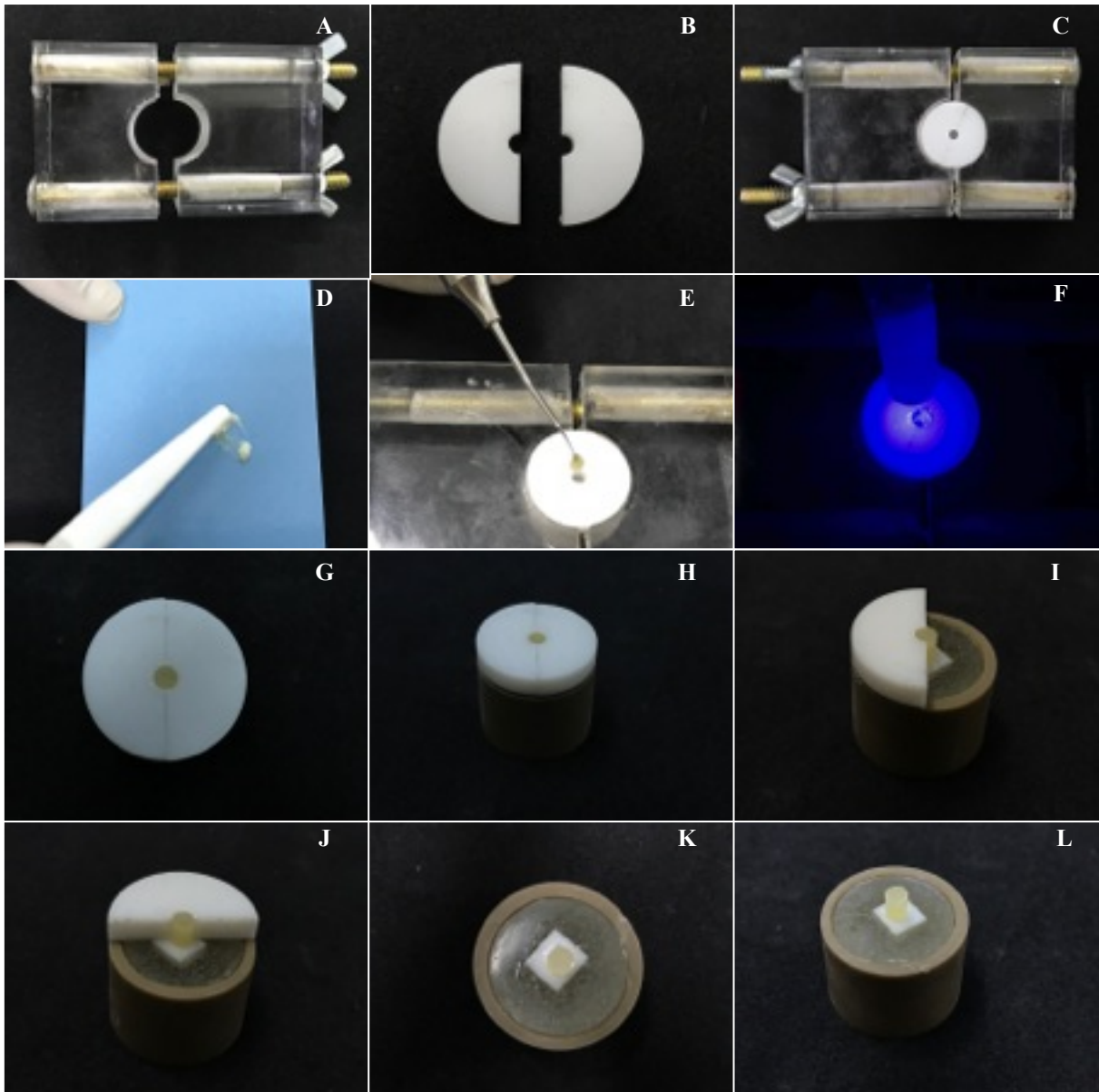
Figura 9. (A) Sistema adesivo - silano e catalisador, (B) aplicação do silano sobre o bloco de Y-TZP, (C) aplicação do catalisador do sistema adesivo sobre o bloco de Y-TZP



Fonte: Autor.

Todas as amostras foram individualmente fixadas em um dispositivo acrílico, de modo que a superfície de Y-TZP incluída mantivesse a face tratada paralela ao plano horizontal. Uma matriz de teflon bipartida com orifício central em forma de cilindro com 3,5 mm de diâmetro e 3 mm de altura foi posicionada sobre a Y-TZP para padronizar a inserção do cimento resinoso, garantindo mesma altura e diâmetro dos cilindros em resina. Ambos os cimentos foram dispensados no bloco de espatulação com comprimentos padronizados, manipulados com auxílio de uma espátula nº 24 (Duflex, SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e inseridos na matriz de teflon com uma espátula nº 1 (Duflex, SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) até o preenchimento da mesma. Depois disso, foi realizada fotopolimerização do cimento por 20 s (unidade de quartzo-tungstênio, densidade de potência de 650 mW/cm²) (Radii Plus, SDI, Victoria, Australia) de acordo com as instruções do fabricante. Após a fotopolimerização, a matriz foi aberta e separada, resultando em um cilindro de cimento resinoso de 3,5 mm de diâmetro por 3,0 mm de altura aderido à Y-TZP (Figura 10). Após este procedimento, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência de união.

Figura 10. A. Dispositivo acrílico para fixação das amostras para o teste de resistência de união. B. Matriz de teflon bipartida com orifício central em forma de cilindro. C. Amostra posicionada no dispositivo acrílico. D. Espatulação do cimento resinoso. E. Cimento resinoso inserido na matriz de teflon com auxílio de espátula. F. Fotopolimerização do cimento. G. Cimento após presa final - vista oclusal. H. Cimento após presa final - vista lateral. I e J. Abertura e separação da matriz de teflon. K. Remoção da matriz de teflon, resultando em um cilindro de cimento resinoso de 3,5 mm de diâmetro por 3,0 mm de altura aderido à Y-TZP.



Fonte: Autor.

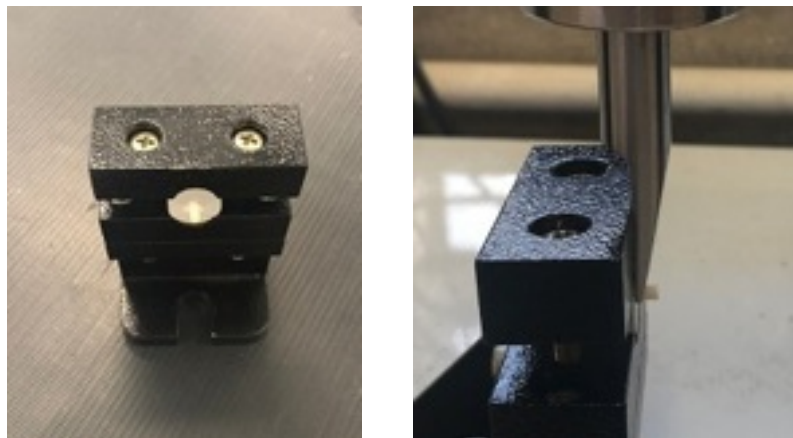
3.10 Avaliação da resistência de união por meio de teste de cisalhamento

Os conjuntos Y-TZP / cimento resinoso foram submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento em máquina universal de ensaios (Biopdi, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 11). Os testes foram realizados com célula de carga de 500 Kgf e velocidade de deslocamento de 0,5 mm/min (Figura 12). A resistência de união (RU) ao cisalhamento foi expressa em MPa e calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$RU = F / A$$

sendo que F é a força máxima registrada durante o ensaio (em N) e a área de união do cimento à Y-TZP (9,60 mm²).

Figura 11. Posicionamento do conjunto na matriz para o teste de cisalhamento: (A) conjunto Y-TZP / cimento resinoso (B) resistência ao cisalhamento



Fonte: Autor.

3.11 Análise de falhas

A superfície cisalhada de cada amostra foi avaliada por meio de estereomicroscópio (Leica DFC295 attached to a Leica S8 APO; Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) e classificadas quanto ao modo de falha em três categorias: 1- Adesiva: quando a fratura ocorreu na interface Y-TZP / cimento resinoso; 2- Coesiva: quando a fratura ocorreu ou na Y-TZP ou no cimento, 3- Mista: quando a fratura envolveu tanto a Y-TZP quanto o cimento resinoso.

3.12 Análise dos resultados

O teste estatístico de Kolmogorov-Smirnov para a normalidade e o teste de Levéne para homogeneidade revelaram distribuição normal para os dados ($p < 0,05$). Os resultados da microdureza Vickers e rugosidade de superfície foram analisados por meio do modelo linear de efeitos mistos e teste complementar de Bonferroni, com nível de significância de 5%. Para análise dos resultados de resistência de união foi realizada ANOVA a 2 fatores e teste complementar de Tukey, com nível de significância de 5%. Os resultados foram analisados estatisticamente com auxílio do software SPSS (SPSS 15.0, SPSS Inc., EUA).

4. RESULTADOS

4.1 Avaliação da microdureza Vickers

Os dados (média e desvio padrão) para a microdureza Vickers (HV) antes e após os tratamentos de superfície estão presentes na (Tabela IV). A análise estatística revelou não haver diferença intra e intergrupos ($p > 0,05$).

Tabela IV. Valores da microdureza Vickers (HV) da Y-TZP antes e após os tratamentos superficiais

Grupos	Tratamentos superficiais	
	Antes	Após
	Média (DP)	Média (DP)
CN	1344,98 (42,20) aA	1344,98 (42,20) aA
CP	1344,11 (81,27) aA	1346,14 (83,28) aA
YAG-1	1395,33 (57,69) aA	1394,03 (41,82) aA
YAG-4	1344,35 (67,01) aA	1347,97 (58,56) aA
YAG-7	1347,35 (75,80) aA	1348,15 (75,28) aA

*Letras minúsculas diferentes na mesma linha e letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ($p \leq 0,05$).

4.2 Avaliação da rugosidade de superfície em microscópio confocal a laser

Os dados (média e desvio padrão) para a rugosidade de superfície (μm) antes e após os tratamentos superficiais estão presentes na (Tabela V). A análise estatística mostrou haver diferença significativa para os grupos CP, YAG-4 e YAG-7 ($p < 0,05$) na comparação intragrupo (Tabela V). Na comparação intergrupos antes do tratamento de superfície não houve diferença estatística ($p > 0,05$). Após os tratamentos superficiais, verificou-se diferença estatisticamente significativa entre os grupos, sendo que CP apresentou os maiores valores de rugosidade de superfície em relação aos demais grupos ($p < 0,05$), CN e YAG-1 valores intermediários e estatisticamente semelhantes entre si e YAG-4 e YAG-7 os menores valores e estatisticamente semelhantes entre si.

Tabela V. Valores da rugosidade de superfície (μm) da Y-TZP antes e após os tratamentos superficiais

Grupos	Tratamentos superficiais	
	Antes	Após
	Média (DP)	Média (DP)
CN	1,019 (0,16) aA	0,98 (0,11) bA
CP	0,88 (0,06) aA	2,53 (0,05) aB
YAG-1	0,98 (0,14) aA	0,95 (0,29) bA
YAG-4	0,87 (0,14) aA	0,50 (0,12) cB
YAG-7	0,84 (0,22) aA	0,52 (0,98) cB

*Letras minúsculas diferentes na mesma linha e letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ($p \leq 0,05$).

4.3 Avaliação da morfologia de superfície em microscópio confocal a laser

A análise qualitativa da morfologia de superfície mostrou características semelhantes entre os grupos CN, YAG-1, YAG-4 e YAG-7, sendo evidenciada uma superfície lisa e polida tanto antes como após os tratamentos superficiais. Por outro lado, superfícies mais irregulares e heterogêneas foram encontradas para o grupo CP (Figura 12).

Figura 12. Fotomicrografias, obtidas por meio de microscopia confocal a laser, evidenciando morfologia de superfície da Y-TZP antes e após os tratamentos superficiais ($5 \times$)

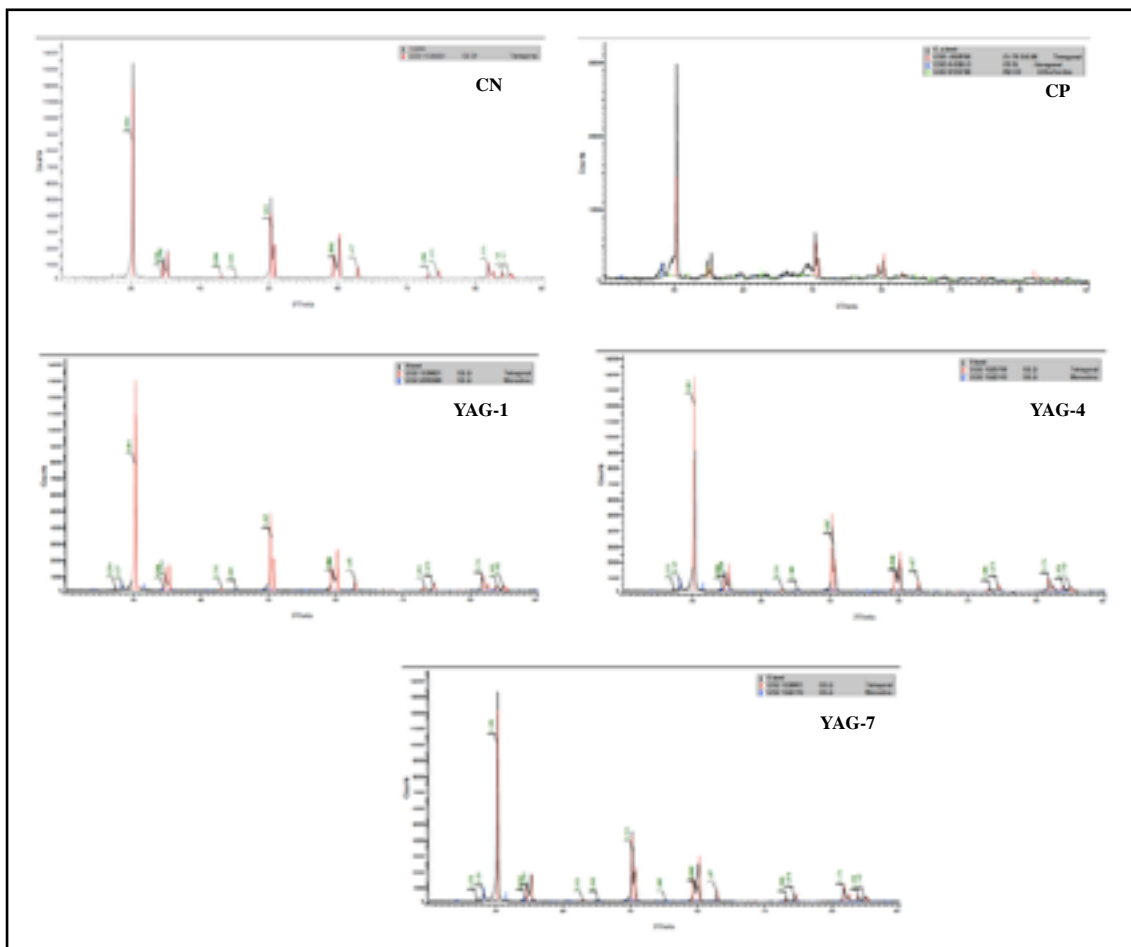


Fonte: Autor.

4.4 Avaliação das fases da Y-TZP por DRX

A análise das fases da Y-TZP por DRX submetidas aos diferentes tratamentos superficiais mostrou picos relacionados à dióxido de zircônio (ZrO_2) apenas na fase tetragonal para o grupo CN e picos de ZrO_2 tanto na fase tetragonal como na fase monoclinica para os demais grupos (CP, YAG-1, YAG-4 e YAG-7). No entanto, verificou-se maior intensidade da difração do ZrO_2 na fase monoclinica para os grupos YAG-1 e YAG-4, comparado aos grupos CP e YAG-7. Adicionalmente, o CP apresentou menor pico de ZrO_2 na fase tetragonal comparado aos demais grupos e presença de SiO_2 (Figura 13).

Figura 13. Difratoograma da composição da Y-TZP para os grupos CN, CP, YAG-1, YAG-4 e YAG-7, por meio de DRX

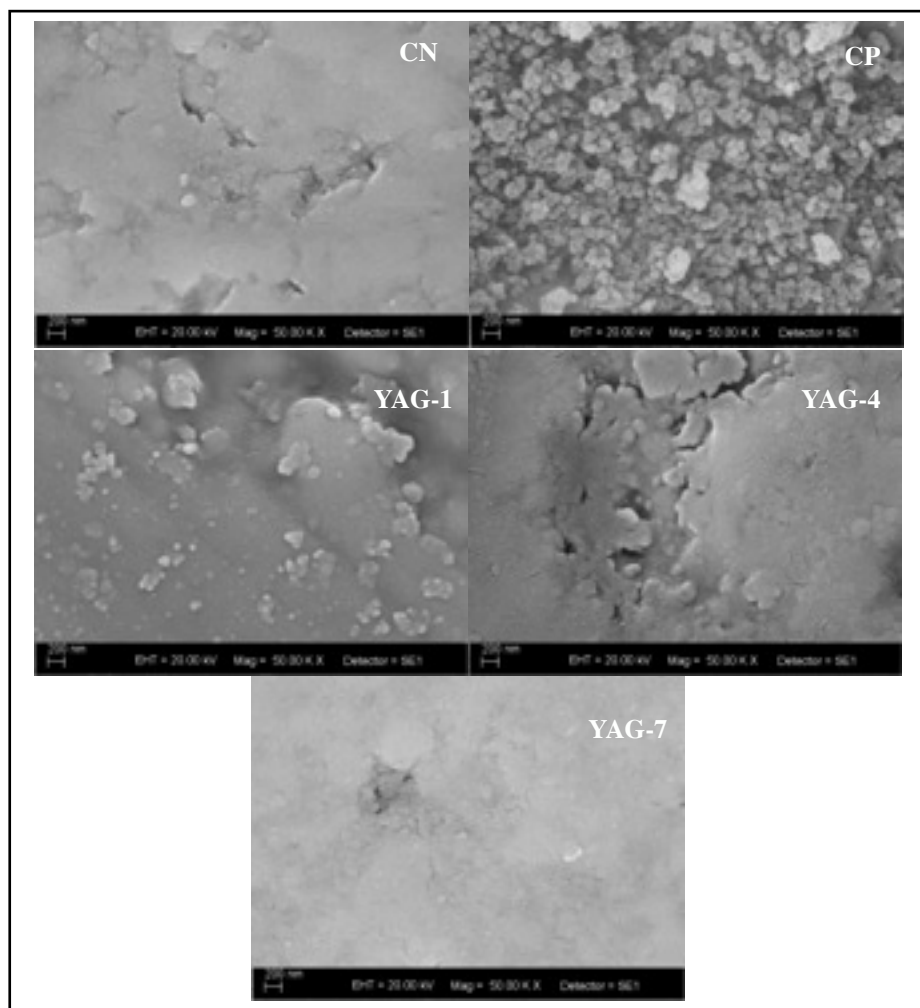


Fonte: Autor.

4.5 Avaliação micromorfológica por meio de MEV

As imagens de MEV da superfície da Y-TZP submetidas aos diferentes tratamentos superficiais estão apresentadas na (Figura 14). Semelhante às imagens da morfologia de superfície obtida em microscópio confocal a laser, as imagens de MEV mostraram diferenças morfológicas entre os grupos. O grupo CN apresentou menor irregularidade superficial. Já o grupo CP exibiu uma mudança na textura da superfície com a presença de irregularidades. Os grupos irradiados com laser de Er:YAG (YAG-1, YAG-4 e YAG-7) mostraram topografia de superfície similares, na maior parte lisas, com algumas regiões apresentando irregularidades, sendo que o YAG-1 foi o grupo que mais evidenciou a presença de partículas expostas.

Figura 14. Fotomicrografias, obtidas por meio de MEV, evidenciando a micromorfologia da Y-TZP submetida aos diferentes tratamentos superficiais, nos aumentos de 50000 \times .



Fonte: Autor.

4.6 Avaliação da resistência de união por meio de teste de cisalhamento

A ANOVA a 2 fatores revelou diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos superficiais ($p < 0,05$). Porém, não evidenciou diferença em relação aos cimentos estudados e na interação entre os fatores tratamentos superficiais \times cimento ($p > 0,05$) (Tabela VII). Maior valor de resistência de união foi encontrado para o grupo CP, sendo diferentes dos demais grupos ($p < 0,05$), menores valores para YAG-4 e YAG-7 ($p < 0,05$), os quais foram semelhantes entre si ($p > 0,05$). Os grupos CN e YAG-1 apresentaram valores intermediários de resistência de união, sendo semelhantes entre si ($p > 0,05$) e diferente dos demais grupos ($p < 0,05$) (Tabela VI).

Tabela VI. Valores da resistência de união (MPa) da Y-TZP entre os tratamentos superficiais

	CCmdp	CSmdp	Geral
Grupos	Média (DP)	Média (DP)	Média
CN	5,61 (0,89)	5,19 (0,83)	5,40 (0,86) B
CP	8,38 (0,91)	7,83 (0,98)	8,11 (0,96) A
YAG-1	5,86 (1,32)	5,42 (1,07)	5,64 (1,20) B
YAG-4	4,63 (1,18)	4,29 (1,08)	4,46 (1,12) C
YAG-7	4,27 (1,09)	4,07 (1,10)	4,17 (1,07) C

Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ($p \leq 0,05$)

Tabela VII. ANOVA a 2 fatores para resistência de união

Fonte de variação	Soma de Quadrados	Grau de liberdade	Quadrado médio	F
Tratamento	193,0916	4	48,2729	0,000000
Cimento	3,7908	1	3,7908	0,069186
Interação	0,3334	4	0,0833	0,989790
Resíduo	100,8622	90	1,1206	
Total	298,0781	99		

4.7 Análise de falhas

A análise de falhas evidenciou-se predominância de falhas mistas e adesivas, sendo que os grupos CN, CP e YAG-1 apresentaram maior porcentagem de falhas mistas comparada aos grupos YAG-4 e YAG-7, os quais apresentaram falhas mistas e adesivas semelhantes (Figura 15 e Tabela VIII).

Figura 15. Tipos de falhas encontradas: (A) falha adesiva (B) falha mista. Seta preta identifica material resinoso aderido à superfície da Y-TZP.



Fonte: Autor.

Tabela VIII. Modo de falhas dos grupos estudados

	Tratamento de superfície									
	CN		CP		YAG-1		YAG-4		YAG-7	
Modo de falha	CCmdp	CSmdp	CCmdp	CSmdp	CCmdp	CSmdp	CCmdp	CSmdp	CCmdp	CSmdp
Adesiva	10%	40%	20%	0%	30%	20%	50%	40%	40%	50%
Coesiva	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%
Mista	90%	60%	80%	100%	70%	80%	50%	60%	60%	50%

5. DISCUSSÃO

No presente estudo, a primeira hipótese nula foi rejeitada para a rugosidade de superfície e difratometria de raios-X e aceita para a microdureza Vickers.

A confiabilidade estrutural das cerâmicas odontológicas pode ser considerada um dos principais fatores associado ao sucesso das reabilitações totalmente cerâmicas, sendo que a dureza do material pode fornecer informações importantes quanto a sua aplicabilidade clínica, visto estar diretamente relacionada a sua resistência à deformação plástica (DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004). No presente estudo, a microdureza Vickers da Y-TZP, determinada pela capacidade do indentador penetrar em sua superfície (DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004), não foi afetada nos diferentes grupos, podendo ser considerado um fator positivo, em função da notória necessidade de tratamento de superfície prévio da Y-TZP na tentativa de favorecer sua adesão ao substrato.

Tratamentos superficiais para o condicionamento da superfície da Y-TZP tem como finalidade favorecer o potencial adesivo por meio da interação mecânica e/ou química na interface cerâmica/cimento, alcançada pelo aumento da rugosidade superficial. No entanto, podem levar a mudanças indesejáveis nas propriedades mecânicas da Y-TZP, como perda significativa de estrutura, transformação de fase, trincas, formação de degrau na peça protética, o que poderia comprometer sua longevidade clínica (SILVA, 2015).

A asperização de superfície com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica tem sido considerada uma pré-condição para melhorar a rugosidade da superfície, pois além de auxiliar na limpeza da superfície do material, também proporciona alterações em sua topografia por meio da formação de irregularidades, devido a deposição de sílica, resultando em aumento da energia de superfície e da molhabilidade e, conseqüentemente, favorecendo o potencial adesivo (DELLA BONA, 2005). No presente estudo, o grupo controle positivo, submetido ao tratamento de superfície com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica aumentou significativamente a rugosidade superficial da Y-TZP, semelhantemente a estudos prévios (SUBASI; INAN, 2012; ÇAGLAR et al., 2016).

O real impacto da energia do laser sobre a superfície do material é fornecido pela conversão da energia da luz em calor, sendo que a quantidade de água que o material contém pode afetar a energia absorvida (KURKLU; YANIKOGLU, 2013). Adicionalmente, diversos parâmetros previamente estabelecidos à irradiação com laser também podem interferir

diretamente na característica superficial da cerâmica. A intensidade de energia do laser de Er: YAG foi comparada em muitos estudos para determinar um parâmetro confiável para a Y-TZP. Cavalcanti et al. (2009a) mostraram que a menor intensidade de energia testada (200 mJ) pode ser considerada um método de tratamento de superfície para a Y-TZP, visto que energia muito elevada (400 e 600 mJ) pode gerar excessiva deterioração da cerâmica, incluindo a formação de trincas. Por outro lado, Turp et al. (2014) verificaram que o aumento da energia em 200 e 300 mJ e duração do pulso em 300 e 600 μ s, leva a redução da rugosidade de superfície da zircônia, uma vez que maior energia térmica é produzida por unidade de área, resultando em aumento da fusão da superfície do material, seguida por imediato resfriamento com água. Outros estudos ainda mostram que a energia do laser de Er: YAG de 150 mJ por 20 s pode aumentar a rugosidade da zircônia (AKIN et al., 2011), a 300 mJ pode causar áreas fusionadas e erosivas com ou sem formação de trincas (KARA et al., 2015; YILMAZ-SAVAS et al., 2016) e a 400 e 600 mJ pode gerar até mesmo a perda de massa (AKYIL et al., 2010). Desta forma, baseados em estudos anteriores (CAVALCANTI et al., 2009a; AKYIL et al., 2010; AKIN et al., 2011; TURP et al., 2014; KARA et al., 2015; YILMAZ-SAVAS et al., 2016), o presente estudo utilizou uma compilação de parâmetros do laser de Er:YAG que apresentaram melhor qualidade de adesão entre Y-TZP / cimento, como frequência de 200 mJ a uma frequência de 10 Hz e duração de pulso de 600 μ s.

No entanto, visto que não há consenso quanto aos melhores parâmetros a serem utilizados com o laser, julgou-se importante avaliar a distância focal de aplicação do laser de Er:YAG à superfície da Y-TZP, na tentativa de favorecer a interface cerâmica / cimento e ao mesmo tempo evitar gerar excessivo calor na superfície tratada (CORONA et al., 2005), uma vez que a zircônia é sensível à variação de temperatura, podendo haver transformação de fase da tetragonal estável para a monolítica. No presente estudo, a Y-TZP irradiada com laser de Er:YAG na distância focal de 1 mm apresentou rugosidade de superfície semelhante ao grupo controle negativo, o qual não foi submetido a nenhum tratamento de superfície, semelhantemente aos resultados encontrados por Demir; Subasi; Inan (2012) e Subasi; Inan (2012).

Por outro lado, os grupos irradiados com laser de Er:YAG nas distâncias focais de 4 e 7 mm mostraram os menores valores de rugosidade de superfície. Sabe-se que, a energia do laser afeta os tecidos duros dentais por ablação, que é o resultado de microexplosões de

moléculas de água presentes nos componentes cristalinos e orgânicos da dentina, sendo que a pigmentação da superfície e o teor de água são fatores determinantes da energia absorvida pela área irradiada (AIZAWA et al., 2006). Porém, como a zircônia não contém moléculas de água e tem uma coloração opaca, o efeito do laser sobre este substrato ainda não está claro. Sugere-se que o aumento da distância focal de aplicação do laser ao substrato, possa ter gerado maior difração da luz laser e, conseqüentemente uma menor densidade de energia, o que influenciou negativamente a absorção do laser pela superfície refletora da Y-TZP (SHIU et al., 2007).

Ao selecionar o tratamento de superfície para a Y-TZP é necessário considerar que o procedimento pode induzir transformação de fase na superfície da zircônia, que pode alterar a estrutura cristalina de tetragonal (t) para monoclinica (m). A alteração de fase t-m leva ao desprendimento dos grãos superficiais do material cerâmico, proporcionando o aumento da rugosidade de superfície e, conseqüentemente, favorecendo a adesão ao substrato. No entanto, o aumento do nível da fase m na superfície da zircônia, pode levar a formação de microtrincas no nível intergrãos, fragilizando e reduzindo a resistência de união da Y-TZP, situação esta que implicaria clinicamente na fratura precoce do elemento restaurado (CASUCCI et al., 2011). No presente estudo, além de diferentes valores e padrões de rugosidade de superfície, avaliados quantitativa e qualitativamente, por meio de microscopia confocal a laser e microscopia eletrônica de varredura, respectivamente, os tratamentos superficiais também levaram à transformação de fase da zircônia (t-m), em diferentes níveis entre os grupos.

Aumento expressivo da fase m foi encontrado para todos os grupos submetidos ao tratamento superficial, sendo menor e semelhante entre o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestido por sílica e irradiação com o laser de Er:YAG na distância focal de 7 mm e, maiores e semelhantes, para as distâncias focais de 1 e 4 mm. Em relação ao jateamento da superfície, acredita-se que a transformação de fase t-m ocorreu devido ao aumento no volume dos cristais em função da formação de uma camada superficial compressiva formada pela deposição de sílica (OTANI et al., 2015). Para os grupos irradiados, quanto à transformação de fase dos grupos YAG-1 e YAG-4, sugere-se que, o efeito térmico gerado durante a irradiação, mesmo com o *spray* de água utilizado durante o procedimento, não foi suficiente para evitar a transformação da fase t para m (SWAIN; HANNINK, 1989). Já no YAG-7, é possível que o distanciamento focal tenha levado a um

menor aquecimento da superfície e, por este motivo, semelhante transformação de fase m em relação ao grupo submetido ao jateamento.

No intuito de favorecer os resultados de adesividade já obtidos em estudos anteriores, as pesquisas têm buscado materiais que também possam interagir quimicamente com efetividade na superfície da Y-TZP, submetida ou não a tratamento superficial (MUDADO, 2012). Os materiais resinosos a base de monômeros fosfatados, particularmente o MDP, têm sido apontados como os melhores cimentos resinosos para as cerâmicas contendo zircônia, uma vez que possuem grupamentos que copolimerizam com a matriz resinosa dos cimentos, além de moléculas bifuncionais com capacidade de interação química com os óxidos de zircônio (OYAGUE et al., 2009a; OYAGUE et al., 2009b).

No entanto, no presente estudo, a segunda hipótese rejeitada para os tratamentos de superfície, os quais afetaram a resistência de união da Y-TZP e aceita para os cimentos resinosos, visto que não houve diferença estatisticamente significante entre os cimentos e a resistência de união, semelhantemente ao estudo de Sciasci et al. (2015). Tal resultado pode ser justificado uma vez que o MDP presente no Panavia F têm a capacidade de estabelecer ligações com óxidos metálicos presentes na superfície de zircônia e fornecer forças de van der Waals ou ligações de hidrogênio na interface zircônia / cimento resinoso (BLATZ et al., 2010; YANG; BARLOI; KERN, 2010). Por outro lado, o RelyX U200 contém grupos de ácido fosfórico ou monômeros funcionais adesivos capazes de reagir quimicamente com óxidos (INOKOSHI et al., 2013) e grupos hidroxila (KIM et al., 2011) na superfície da zircônia.

Verificou-se superioridade do jateamento de superfície com óxido de alumínio revestido por sílica na resistência de união entre a Y-TZP e o cimento resinoso, em relação aos demais grupos. Acredita-se que a camada de sílica formada sobre a superfície da zircônia reage com o silano do RelyX U200 e com o MDP do Panavia, podendo ser considerada uma união quimicamente forte e hidroliticamente estável (SCIASCI et al., 2015) e, adicionalmente, o aumento de rugosidade de superfície forneceu os melhores resultados de resistência de união em relação aos demais tratamentos de superfície estudados. Assim, pode-se considerar que superfície jateada proporciona um contato mais íntimo entre o cimento e o Y-TZP, diminuindo o número de falhas interfaciais, além de reduzir a variação nos resultados de resistência de união, conforme observado na análise de falhas.

No presente estudo, os grupos controle negativo, controle positivo e YAG-1 apresentaram maior porcentagem de falhas do tipo mista, enquanto os grupos YAG-4 e YAG-7 apresentaram equilíbrio na porcentagem de falhas do tipo mista e adesiva. Falhas do tipo mista são clinicamente preferidas em relação às falhas adesivas, pois este tipo de falha geralmente mostra a ligação interfacial adequada (TOLEDANO et al., 2007). É digno de nota que a ausência da falha do tipo coesiva sugere que os tratamentos de superfície, especialmente a utilização do laser de Er:YAG, não induziram ao enfraquecimento interno da Y-TZP (GOMES et al., 2015; YILMAZ-SAVAS et al., 2016; KURTULMUS-YILMAZ et al., 2018).

Por outro lado, o grupo irradiado com laser de Er:YAG a distância focal de 1 mm apresentou semelhantes valores de união ao grupo controle negativo, o qual não foi submetido a tratamento de superfície, e os grupos com distância focal de 4 e 7 mm apresentaram os menores valores de resistência de união. Diante da topografia de superfície verificada por meio da microscopia confocal a laser e MEV, no presente estudo, bem como em relação aos valores de rugosidade de superfície, verificou-se que estes achados comparados com os resultados obtidos para a resistência de união são compatíveis (KESHVAD; HAKIMANEH, 2018; TABATABAEI; CHINIFORUSH; NAMDAR, 2018). Assim, acredita-se que outros parâmetros utilizados para a aplicação do laser de Er:YAG devem ser avaliados, como frequência, fluxo de água, fluência, duração do pulso, visto que além da alteração da distância focal não ter promovido melhora nas características superficiais da Y-TZP, houve significativa alteração de fase t-m do material, o que clinicamente não é viável, pois esta transformação pode influenciar, na resistência do material e durabilidade clínica.

6. CONCLUSÕES

Diante da metodologia empregada e com base nos resultados obtidos foi possível concluir que:

- 1- O tratamento de superfície da Y-TZP utilizando o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica evidenciou melhores características superficiais do material, como rugosidade, micromorfologia e transformação de fase, em relação aos grupos submetidos à irradiação com laser de Er:YAG, independentemente da distância focal.
- 2- A presença do MDP na composição do cimento resinoso não teve influência na resistência de união da Y-TZP.
- 3- A resistência de união da Y-TZP foi favorecida pelo tratamento superficial utilizando o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica.

REFERÊNCIAS

- ABOUSHELIB, M. N.; WANG, H. Effect of surface treatment on flexural strength of zirconia bars. **J. Prosthet. Dent.**, v. 104, n. 2, p. 98-104, 2010.
- AIZAWA, K.; KAMEYAMA, A.; KATO, J.; AMAGAI, T.; TAKASE, Y.; KAWADA, E.; ODA, Y.; HIRAI, Y. Resin bonding to dentin irradiated by high repetition rate Er:YAG laser. **Photomed. Laser Surg.**, v. 24, n. 3, p. 397-401, 2006.
- AKIN, H.; OZKURT, Z.; KIRMALI, O.; KAZAZOGLU, E.; OZDEMIR, A. K. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. **Photomed. Laser Surg.**, v. 29, n. 12, p. 797-802, 2011.
- AKYIL, M. S.; UZUN, I. H.; BAYINDIR, F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating and laser irradiation. **Photomed. Laser Surg.**, v. 28, n. 6, p. 01-08, 2010.
- ARAMI, S.; TABATABAE, M. H.; NAMDAR, S. F.; CHINIFORUSH, N. Effects of different lasers and particle abrasion on surface characteristics of zirconia ceramics. **J. Dent. (Tehran)**, v. 11, n. 2, p. 233-41, 2014.
- BARBOSA SIQUEIRA, C.; SPADINI DE FARIA, N.; RAUCCI-NETO, W.; COLUCCI, V.; ALVES GOMES, E. Evaluation of mechanical properties of glass fiber posts subjected to laser surface treatments. **Photomed. Laser Surg.**, v. 34, n. 10, p. 460-466, 2016.
- BELLI, R.; GEINZER, E.; MUSCHWECK, A.; PETSCHERT, A.; LOHBAUER, U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. **Dent. Mater.**, v. 30, n. 4, p. 424-32, 2014.
- BLATZ, M. B.; PHARK, J. H.; OZER, F.; MANTE, F. K.; SALEH, N.; BERGLER, M.; SADAN, A. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. **Clin. Oral Investig.**, v. 14, n. 2, p. 187-192, 2010.
- BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F.; SCOTTI, R.; BUSO, L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, v. 18, n. 1, p. 60-5, 2005.
- ÇAGLAR, I.; YANIKOGLU, N. The effect of sandblasting, Er:YAG laser, and heat treatment on the mechanical properties of different zirconia cores. **Photomed. Laser Surg.**, v. 34, n. 1, p. 17-26, 2016.
- CASUCCI, A.; MONTICELLI, F.; GORACCI, C.; MAZZITELLI, C.; CANTORO, A.; PAPACCHINI, F.; FERRARI, M. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. **Dent. Mater.**, v. 27, n. 10, p. 1024-1030, 2011.
- CAVALCANTI, A. N.; FOXTON, R. M.; WATSON, T. F.; OLIVEIRA, M. T.; GIANNINI, M.; MARCHI, G. M. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Oper. Dent.**, v. 34, n. 3, p. 280-287, 2009a.
- CAVALCANTI, A. N.; PILECKI, P.; FOXTON, R. M.; WATSON, T. F.; OLIVEIRA, M. T.; GIANNINI, M.; MARCHI, G. M. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. **Photomed. Laser Surg.**, v. 27, n. 3, p. 473-479, 2009b.

- CHEN, C.; KLEVERLAAN, C. J.; FEILZER, A. J. Effect of an experimental zirconia-silica coating technique on micro tensile bond strength of zirconia in different priming conditions. **Dent. Mater.**, v. 28, n. 8, p. 127-134, 2012.
- COLUCCI, V.; AMARAL, F. L. B.; LUCISANO, M.; PALMA-DIBB, R. G.; PÉCORÀ, J. D.; CORONA, S. A. M. Water flow on erbium:yttrium-aluminum-garnet laser irradiation: effects on dental tissues. **Lasers Med. Sci.**, v. 24, n. 5, p. 811-818, 2009.
- CORONA, S. A. M.; ATOUI, J. A.; CHIMELLHO, D. T.; BORSATTO, M. C.; PECORA, J. D.; DIBB, R. G. P. Composite resin's adhesive resistance to dentin: influence of Er:YAG laser focal distance variation. **Photomed. Laser Surg.**, v. 23, n. 2, p. 229-232, 2005.
- CURTIS, A. R.; WRIGHT, A. J.; FLEMING, G. J. The influence of surface modification techniques on the performance of a YTZP dental ceramic. **J. Dent.**, v. 34, n. 5, p. 195-206, 2006.
- DE SOUZA, G.; HENNIG, D.; AGGARWAL, A.; TAM, L. E. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. **J. Prosthet. Dent.**, v. 112, n. 4, p. 895-902, 2014.
- DEDE, D. O.; YANISEY, M.; RONA, N.; DEDE, F. O. Effects of laser treatment on the bond strength of differently sintered zirconia ceramics. **Photomed. Laser Surg.**, v. 34, n. 7, p. 276383, 2016.
- DELLA BONA, A.; MECHOLSKY, J. J. Jr.; ANUSAVICE, K. J. Fracture behavior of lithia disilicate- and leucite-based ceramics. **Dent. Mater.**, v. 20, n. 10, p. 956-962, 2004.
- DELLA BONA, A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- The relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. **J. Appl. Oral Sci.**, v. 13, n. 2, p. 101-109, 2005.
- DEMIR, N.; SUBASI, M. G.; OZTURK, A. N. Surface roughness and morphologic changes of zirconia following different surface treatments. **Photomed. Laser Surg.**, v. 30, n. 6, p. 339-345, 2012.
- DENRY, I.; KELLY JR. State of the art of zirconia for dental applications. **Dent. Mater.**, v. 24, n. 3, p. 299-307, 2008.
- DIAS, T. M.; PACHECO, R. R.; SÁ, R. B. C.; DI FRANCESCANTONIO, M.; BERGER, S. B.; GIANNINI, M. Evaluation of the effect of metal primers and type of resin cement on the bond strength to zirconia. **RBO.**, v. 69, n. 1, p. 15-20, 2012.
- FOXTON, R. M.; CAVALCANTI, A. N.; NAKAJIMA, M.; PILECKI, P.; SHERRIFF, M.; MELO, L.; WATSON, T. F. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. **J. Prosthodont.**, v. 20, n. 2, p. 84-92, 2011.
- GOMES, A. L.; RAMOS, J. C.; SANTOS-DEL RIEGO, S.; MONTERO, J.; ALBALADEJO, A. Thermocycling effect on microshear bond strength to zirconia ceramic using Er:YAG and tribochemical silica coating as surface conditioning. **Lasers Med. Sci.**, v. 30, n. 2, p. 787-795, 2015.
- GOMES, K. G. F.; FARIA, N. S.; NETO, W. R.; COLUCCI, V.; GOMES, E. A. Influence of laser irradiation on the push-out bond strength between a glass fiber post and root dentin. **J. Prosthet. Dent.**, v. 119, n. 1, p. 97-102, 2018.

- HARADA, K.; SHINYA, A.; GOMI, H.; HATANO, A.; RAIGRODSKI, A. J. Effect of accelerated aging on the fracture toughness of zirconia. **J. Prosthet. Dent.**, v.155, n. 2, p. 215-223, 2016.
- INOKOSHI, M.; KAMEYAMA, A.; DE MUNCK, J.; MINAKUCHI, S.; VAN MEERBEEK, B. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. **J. Dent.**, v. 41, n. 12, p. 170-179, 2013.
- KARA, O.; KARA, H. B.; TOBI, E. S.; OZTURK, A. N.; KILIC, H. S. Effect of various lasers on the bond strength of two zirconia ceramics. **Photomed. Laser Surg.**, v. 33, n. 2, p. 69-76, 2015.
- KELLY, J. R. Clinically relevant approach to failure testing of all- ceramic restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v. 8, n. 2, p. 652-661, 1999.
- KELLY, J. R.; BENETTI, P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. **Aust. Dent. J.**, v. 56, n. 1, p. 84-96, 2011.
- KESHVAD, A.; HAKIMANEH, S. M. R. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-based and Y-TZP ceramics using different surface treatments. **J. Prosthodont.**, v. 27, n., p. 67-74, 2018.
- KHAN, A. A.; AL KHERAIF, A. A.; JAMALUDDIN, S.; ELSHARAWY, M.; DIVAKAR, D. D. Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cementa to zirconia: a review. **J. Adhes. Dent.**, v. 19, n. 1, p. 7-19, 2017.
- KIM, M. J.; KIM, Y. K.; KIM, K. H.; KWON, T. Y. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. **J. Dent.**, v. 39, p. 795-803, 2011.
- KIRMALI, O.; AKIN, H.; KAPDAN, A. Evaluation of the surface roughness of zirconia ceramics after different surface treatments. **Acta Odontol. Scand.**, v. 72, n. 6, p. 432-439, 2014.
- KURKLU, D.; YANIKOGLU, N. SEM evaluation of surface morphologic analysis of restorative materials with three laser treatment. **J. Dent. Lasers**, v. 7, n. 1, p. 9-16, 2013.
- KURTULMUS-YILMAZ, S.; CENGIZ, E.; ONGUN, S.; KARAKAYA, I. The effect of surface treatments on the mechanical and optical behaviors of CAD/CAM restorative materials. **J. Prosthodont.**, 2018. [Epub ahead of print].
- LIN, Y.; SONG, X.; CHEN, Y.; ZHU, Q.; ZHANG, W. Effect of Er:YAG laser irradiation on bonding property of zirconia ceramics to resin cement. **Photomed. Laser Surg.** v. 31, n. 12, p. 619-625, 2013.
- MAGNE, P.; PARANHOS, M. G.; BURNETT JR., L. H. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. **Dent. Mater.**, v. 26, n. 4, p. 345-352, 2010.
- MAY, L. G.; PASSOS, P. S.; BARCA, D. C.; ÖZCAN, M.; VALANDRO, L. F. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. **J. Biomed. Mater. Res. Part B: Appl. Biomater.**, v. 95, n. 1, p. 67-69, 2010.

- MENANI, L. R.; FARHAT, I. A.; TIOSSI, R.; RIBEIRO, R. F.; GUASTALDI, A. C. Effect of surface treatment on the bond strength between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. **J. Prosthet. Dent.**, v. 112, n. 2, p. 357-364, 2014.
- MIRHASHEMI, A.; SHARIFI, N.; MOHARRAMI, M.; CHINIFORUSH, N. Evaluation of different types of lasers in surface conditioning of porcelains: a review article. **J. Lasers Med. Sci.**, v. 8, n. 3, p. 101-111, 2017.
- MIYAZAKI, T.; NAKAMURA, T.; MATSUMURA, H.; BAN, S.; KOBAYASHI, T. Current status of zirconia restoration. **J. Prosthodont. Res.**, v. 57, n. 4, p. 236-261, 2013.
- MUDADO, F. A. **Cimentação adesiva de cerâmica à base de zircônia**. 2012. 60p. Monografia (Especialização em Dentística). Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.
- OTANI, A.; AMARAL, M.; MAY, L. G.; CESAR, P. F.; VALANDRO, L. F. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. **Dent. Mater.**, v. 31, n. 6, p. 648-656, 2015.
- OYAGUE, R. C.; MONTICELLI, F.; TOLEDANO, M.; OSORIO, E.; FERRARI, M.; OSORIO, R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dent. Mater.**, v. 25, n. 2, p. 172-179, 2009a.
- OYAGUE, R. C.; MONTICELLI, F.; TOLEDANO, M.; OSORIO, E.; FERRARI, M.; OSORIO, R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. **Dent. Mater.**, v. 25, n. 3, p. 392-399, 2009b.
- PASSOS, S. P.; LINKE, B.; LARJAVA, H.; FRENCH, D. Performance of zirconia abutments for implant-supported single-tooth crowns in esthetic areas: a retrospective study up to 12-year follow-up. **Clin. Oral Implants Res.**, v. 27, n. 1, p. 1-8, 2014.
- PASSOS, S. P.; MAY, L. G.; BARCA, D.; ÖZCAN, M.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after long-term storage and thermal cycling. **Oper. Dent.**, v. 35, n. 6, p. 689-696, 2010.
- SAMIMI, P.; HASANKHANI, A.; MATINLINNA, J. P.; MIRMOHAMMADI, H. Effect of adhesive resin type for bonding to zirconia using two surface pretreatments. **J. Adhes. Dent.**, v. 17, n. 4, p. 353-359, 2015.
- SANTOS, M. J., COSTA, M. D., RUBO, J. H., PEGORARO, L. F., SANTOS JR., G. C. Current allceramic systems in dentistry: a review. **Compend. Contin. Educ. Dent.**, v. 36, n. 1, p. 31-37, 2015.
- SCIASCI, P.; ABI-RACHED, F. O.; ADABO, G. L.; BALDISSARA, P.; FONSECA, R. G. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. **J. Prosthet. Dent.**, v. 113, n. 3, p. 212-219, 2015.
- SHAHMIRI, R.; STANDARD, O. C.; HART, J. N.; SORRELL, C. C. Optical properties of zirconia ceramics for esthetic dental restorations A systematic review. **J. Prosthet. Dent.**, v. 119, n. 1, p. 36-46, 2018.

SHIN, Y. J.; SHIN, Y.; YI, Y. A.; KIM, J.; LEE, I. B.; CHO, B. H., et al. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. **Scanning**, v. 36, n. 5, 479-486, 2014.

SHIU, P.; DE SOUZA-ZARONI, W. C.; EDUARDO, CDE. P.; YOUSSEF, M. N. Effect of feldspathic ceramic surfasse treatments on bond strenght to resin cement. **Photomed. Laser Surg.**, v. 25, n. 4, p. 291-296, 2007.

SILVA, B. T. F. **Efeito da largura temporal de pulso do Laser de Er:YAG em zircônia pré-sinterizada**. 2015. 65 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia). Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

SILVA, B. T. F.; TREVELIN, L. T.; CESAR, P. F.; FREITAS, P. M.; MATOS, A. B. Effect of Er:YAG laser pulse width on zircônia bond strength. **Dent. Mater.**, v. 33, n. Suppl 1, p. e73-e78, 2017.

SILVA, E. M.; MIRAGAYA, L.; SABROSA, C. E.; et al. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. **J. Prosthet. Dent.**, v. 112, n. 3, p. 568-575, 2014.

SOUZA, G.; HENNING, D.; AGGARWAL, A.; TAM, L. E. The use of MDP-based materials for bondinho to zirconia. **J. Prosthet. Dent.**, v. 112, n. 4, p. 895-902, 2014.

SUBASI, M. G.; INAN, O. Evaluation of the topographical surfasse changes and roughness of zirconia after different surfasse treatments. **Lasers Med. Sci.**, v. 27, p. 735-742, 2012.

SWAIN, M. V.; HANNINK, R. H. J. Metastability of the martenss xtic transformation in a 12mol% ceria zirconia alloy: II, grinding studies. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 72, n. 3, p. 1358-1364, 1989.

TABATABAEI, M. H.; CHINIFORUSH, N.; NAMDAR, S. F. Effects of different ceramic primers ad surface treatments on the shear bond strength of restorative composite resina to zirconium. **Laser Ther.**, v. 27, n. 2., p. 111-117, 2018

TOLEDANO, M.; OSORIO, R.; OSORIO, E.; AGUILERA, F. S.; YAMAUTI, M.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. Durability of resin- dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. **Dent. Mater.**, v. 23, n. 7, p. 885-892, 2007.

TURP, V.; AKGUNGOR, G.; SEM, D.; TUNCELLI, B. Evaluation of surface topography of zirconia ceramic after Er:YAG laser etching. **Photomed. Laser Surg.**, v. 32, n. 10, p. 533539, 2014.

VALANDRO, L. F.; OZCAN, M.; BOTTINO, M. C.; BOTTINO, M. A.; SCOTTI, R.; BONA, A. D. Bond strength of aresin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: The effect of surface conditioning. **J. Adhes. Dent.**, v. 8, n. 3, p. 175-181, 2006.

YANG, B.; BARLOI, A.; KERN, M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. **Dent. Mater.**, v. 26, p. 44-50, 2010.

YILMAZ-SAVAS, T.; DEMIR, N.; OZTURK, A. N.; KILIC, H. S. Effect of different surface treatments on the bond strength of lithium disilicate ceramic to the zirconia core. **Photomed. Laser Surg.**, v. 34, n. 6, p. 236-243, 2016.