



UNESP - Universidade Estadual Paulista
Faculdade de Odontologia de Araraquara



MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NAS CARACTERÍSTICAS E
PROPRIEDADES DA ZIRCÔNIA E NA SUA RESISTÊNCIA DE UNIÃO COM A
PORCELANA DE COBERTURA**

Araraquara

2013



UNESP - Universidade Estadual Paulista
Faculdade de Odontologia de Araraquara



MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NAS CARACTERÍSTICAS E
PROPRIEDADES DA ZIRCÔNIA E NA SUA RESISTÊNCIA DE UNIÃO COM A
PORCELANA DE COBERTURA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas Área de Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

Co-Orientador: Prof. Dr. Gelson Luís Adabo

Araraquara

2013

Caldas, Marília Regalado Galvão Rabelo

Influência do tratamento de superfície nas características e propriedades da zircônia e na sua resistência de união com a porcelana de cobertura / Marília Regalado Galvão Rabelo Caldas.-- Araraquara: [s.n.], 2013.

128 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

Co-orientador: Prof. Dr. Gelson Luís Adabo

1. Zircônio 2. Lasers 3. Óxido de alumínio 4. Propriedades Físicas e Químicas I. Título

MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NAS CARACTERÍSTICAS E
PROPRIEDADES DA ZIRCÔNIA E NA SUA RESISTÊNCIA DE UNIÃO COM A
PORCELANA DE COBERTURA**

COMISSÃO JULGADORA

TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

2º Examinador: Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior

3º Examinador: Prof. Dr. Edson Alves Campos

4º Examinador: Profa. Dra. Simone Xavier Silva Costa

5º Examinador: Prof. Dr. Hugo Henrique Alvim

Araraquara, 14 de janeiro de 2013.

DADOS CURRICULARES

Marília Regalado Galvão Rabelo Caldas

- Nascimento:** 02/10/1981 - Natal/RN
- Filiação:** João Carlos Fagundes Galvão
Lenira Regalado Galvão
- 2001-2005:** Curso de Graduação em Odontologia na Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN.
- 2006-2007:** Curso de Especialização em Periodontia na Academia Norte-Rio-Grandense de Odontologia.
- 2008-2008:** Curso de Atualização em Estética e Cosmética na Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas Regional de Araraquara – APCD.
- 2008-2010:** Curso de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração em Dentística Restauradora, nível Mestrado - Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAr/UNESP.
- 2010-2013:** Curso de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração em Dentística Restauradora, nível Doutorado - Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAr/UNESP.
- Associações:** Associação Brasileira de Odontologia - ABO/RN.
Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica – SBPqO.



DEDICATÓRIA

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente à **Deus**, por ser quem me quia em todos os momentos de minha vida, sempre me dando tranquilidade, paz e discernimento em minhas atitudes e escolhas.

Aos meus pais, **João Carlos e Lenira**, por me presentear com o dom da vida. Vocês são meu porto seguro para todos os momentos de minha vida, sejam estes de tristeza, alegria, saúde e doença. Falta-me palavras para expressar todo o meu amor e gratidão, por tantas demonstrações de carinho, compreensão, dedicação e apoio. Agradeço a vocês a minha formação humana e profissional. Obrigada pelo amor incondicional... Amo muito vocês!!!

Ao meu querido esposo, **Sergei Rabelo**, por tudo que você representa em minha vida. São muitos e inesquecíveis todos os momentos que passamos juntos, afinal já são mais de 10 anos. Você me fez crescer, amadurecer e me tornar uma pessoa cada vez melhor. Obrigada pelo seu amor, compreensão, dedicação, companheirismo e apoio nessa jornada tão difícil. Obrigada por me fazer tão feliz, meu amor... Te amo muito!!!!!!



AGRADECIMENTOS

ESPECIAIS

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Às minhas irmãs, **Camila** e **Beatriz**, pelo carinho, incentivo e união. Tivemos muita sorte em ter nascido em um lar onde nossos pais sempre nos deram tudo: amor, tranquilidade, paz, harmonia, educação, lazer, conselhos, ensinamentos, apoio, o que com certeza nos proporcionou sermos filhas de quem eles têm muito orgulho...**Bia**, muito obrigada por todo seu apoio e incentivo nessa tese, cm certeza sem a sua colaboração tudo seria muito mais difícil. Agradeço sempre em tê-las como irmãs e saber que sempre poderei contar com vocês. Desculpa pela ausência no momento tão importante na vida de vocês...Amo vocês!!

À minha querida **Fujú**, uma pessoal mais que especial em minha vida. Muito obrigada pelo seu amor, carinho e dedicação. Foi muito difícil essa jornada de ir para Araraquara e deixá-la com coração partido... Amo muito você!!



**AGRADECIMENTOS
ESPECIAIS AOS
ORIENTADORES**

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

AOS ORIENTADORES

Agradeço ao meu Orientador, Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade, primeiramente por ter me recebido muito bem desde o início aqui em Araraquara. Muito obrigada por todas as oportunidades que o senhor me proporcionou, pela orientação, amizade e confiança sempre em mim depositada. O admiro e o respeito pela sua simplicidade, humildade, bom humor e especialmente pela sua disponibilidade sempre em ajudar a todos. Muito Obrigada!!

Ao meu Co-orientador, Prof. Dr. Gelson Luís Adabo pelos ensinamentos, confiança e incentivo. Por me ajudar sempre no que precisei, e não medir esforços em me passar o seu conhecimento. Saiba que minha admiração pelo senhor é enorme, e que sou muito grata por tudo que fez por mim. Muito Obrigada!!



AGRADECIMENTOS

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - UNESP, na presença de seu Magnífico Vice-reitor no exercício da Reitoria Prof. Dr. Julio Cezar Durigan.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista representada pelo Profa. Dra. Andréa Affonso Barreto Montandon (Diretora) e Profa. Dra. Elaine Maria Sgavioli Massucato (Vice-Diretora)

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, coordenado pela Profa. Dra. Josimeri Hebling, e Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior pela contribuição em minha formação profissional.

Aos docentes da disciplina de Dentística Restauradora: Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior, Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto, Prof. Dr. Edson Alves de Campos, Profa. Dra. Andréa Dantas Abi-Rached e Alessandra Nara de Souza Rastelli pelos ensinamentos, respeito, acolhimento, amizade, confiança e por tornar real um sonho da minha vida.

Aos amigos e colegas de pós-graduação: Máyla Piccioni, Fernanda Jassé, Alex Arruda, Janaína Bortolatto, Fabrício Reskalla, Mateus Tonetto, Carolina Santezi, Keli Regina, Aliny Luizzi, Juliana Boaventura, Cristina Presoto, Sabrina Cioffi, Juliana Saraiva, Marília Caldonazzo, Marina Galoza pela amizade, apoio e agradável convivência.

Aos demais colegas da Pós-Graduação do mestrado e doutorado pelo acolhimento, carinho e atenção.

Aos amigos e colegas, Bruno, Ana Luísa, Norberto, Fábio, Carol, Raphael, Marcell, Rafael, Antônio, Fabiana, Leila, Camilla, Aloísio, Danielle, Cibele pelos momentos excelentes e descontraídos, tornando esta jornada aqui em Araraquara mais alegre e fácil. A companhia de vocês foi essencial...

Aos meus queridos sogros João Batista Rabelo Caldas e Maria Terezinha Rabelo Caldas, meus cunhados Vladimir, Bóris, Alexandre e Ruthnaldo, e minhas concunhadas Juliana e Kalyna, pelo carinho, amizade e convivência sempre tão agradável.

Às minhas amigas Natalenses, Renatinha Barbosa, Lelly Sandra e Tatiana Stuart pela amizade verdadeira. Mesmo com a distância sei que posso contar com o apoio, carinho e palavras sinceras de vocês!!

Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, **Mara Cândida Munhoz do Amaral, Sérgio Luiz Gusmão e José Alexandre Garcia** pelo carinho, disponibilidade e auxílio.

Aos funcionários do Departamento de Dentística da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, **Dona Cida, Vanderlei, Marinho, Creusa e Priscila**, pelo apoio, amizade e carinho com que sempre me trataram.

Aos funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, pela ajuda na busca de informações, artigos e livros.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pelo auxílio financeiro concedido durante o curso.

Ao Grupo de Óptica do Instituto de Física de São Carlos, em especial a **Lílian Moryiama** pela disponibilização do laser e de toda a estrutura física para a realização de parte da pesquisa.

E a todos aqueles que de alguma forma colaboraram com esta etapa de minha vida...



RESUMO

Caldas MRGR. Influência do tratamento de superfície nas características e propriedades da zircônia e na sua resistência de união com a porcelana de cobertura [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

RESUMO

O objetivo deste trabalho, dividido em três estudos, foi avaliar: (1) a influência do tratamento de superfície na resistência de união da zircônia com a porcelana de cobertura; (2) a resistência à flexão e as características morfológicas e estruturais das infraestruturas em zircônia após diferentes tratamentos de superfície e (3) o efeito do laser nas características da zircônia e na sua resistência de união com a porcelana de cobertura. No primeiro e segundo estudos, para os testes de resistência de união ao cisalhamento e resistência à flexão um total de 70 e 210 corpos-de-prova, respectivamente, de infraestrutura de zircônia foram obtidos e divididos aleatoriamente em 7 grupos experimentais C (Controle), JAS (Jateamento Antes Sinterização), JAAS (Jateamento Antes e Após Sinterização), JPS (Jateamento Pós Sinterização), RAS (Rocatec Antes Sinterização), RAAS (Rocatec Antes e Após Sinterização), e RPS (Rocatec Pós Sinterização). Os dados obtidos para a resistência de união ao cisalhamento mostrou uma diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos antes e depois a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização ($p < 0,001$). Uma diferença significativa também foi observada entre o grupo controle e os grupos JAS, JAAS, RAS e RAAS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS e RPS ($p = 0,615$). Os dados de resistência à flexão mostrou uma diferença estatística

significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização, com exceção do grupo RAAS ($p < 0,001$). Uma diferença significativa foi também observada entre o grupo controle e os grupos JAS, JAAS e RAS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS, RPS e RAAS. No terceiro estudo, para o teste de resistência de união ao cisalhamento um total de 60 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia foram obtidos e divididos aleatoriamente em 6 grupos experimentais C, LAS (Laser Antes Sinterização), LAAS (Laser Antes e Após Sinterização), LPS (Laser Pós Sinterização), JPS e RPS. ANOVA não mostrou diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos com laser antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização ($p > 0,001$). Uma diferença significativa foi observada entre o grupo LAAS e os grupos controle, JPS e RPS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS e RPS. Desta maneira, baseados nos resultados apresentados nos três estudos, pode-se concluir que tratamentos de superfícies como o jateamento com partículas de óxido de alumínio e a deposição triboquímica de sílica (Rocatec) realizados antes ou antes e após a sinterização devem ser evitados por promoverem a diminuição dos valores de resistência à flexão e união, além de formarem um superfície irregular e com defeitos na zircônia. E o uso do laser de Er: YAG pode representar um método eficaz para o tratamento de superfície da zircônia, aumentando a retenção micromecânica e melhorando a resistência de união da porcelana de cobertura a zircônia.

PALAVRAS-CHAVE: Zircônio; Lasers; Óxido de Alumínio; Propriedades Físicas e Químicas.



ABSTRACT

Caldas MRGR. Influence of surface treatment on the characteristics and properties of the zirconia and its bond strength with the veneering ceramic [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

ABSTRACT

The aim of this work, divided into three studies, was evaluate: (1) the influence surface treatment on the bond strength of zirconia with the veneering ceramic, (2) the flexural strength and structural and morphological characteristics of the infrastructure on zirconia after different surface treatments, and (3) the laser effect on the characteristics of zirconia and its bond strength with veneering ceramic. In the first and the second studies, for testing shear bond strength and flexural strength a total of 70 and 210 specimens, respectively, infrastructure zirconia were obtained and randomly divided into 7 experimental groups: C (Control), JBS (Sandblasting Before Sintering), JBAS (Sandblasting Before and After Sintering), JAS (Sandblasting After Sintering), RBS (Rocatec Before Sintering), RBAS (Rocatec Before and After Sintering) e RAS (Rocatec After Sintering). The data obtained for shear bond strength showed a statistically significant difference between groups with surface treatments performed before and after sintering and prior to the groups which were made only after sintering ($p < 0.001$). A significant difference was also observed between the control group and groups JBS, JBAS, RBS and RBAS ($p < 0.001$), and no statistical difference were observed between group C and groups JAS and RAS ($p = 0.615$). The flexural strength data showed a statistically significant difference between groups with surface treatments done before and before and after sintering with the groups they were made only after sintering, with the exception of the RBAS

group ($p < 0.001$). A significant difference was also observed between the control group and groups JBS, JBAS and RBS ($p < 0.001$), and no statistical difference were observed between group C and groups JAS, RAS and RBAS. In the third study, for testing shear bond strength a total of 60 specimens infrastructure zirconia were obtained and randomly divided into 6 experimental groups: C (Control), LBS (Laser Before Sintering), LBAS (Laser Before and After Sintering), LAS (Laser After Sintering), JAS and RAS. ANOVA showed no statistically significant difference between groups with surface treatments made with laser before and before and after sintering with the groups they were made only after sintering ($p > 0.001$). A significant difference was observed between the LBAS group and control groups, JAS and RAS ($p < 0.001$), and no statistical difference was observed between group C and groups JAS and RAS. Thus, based on the results presented in the three studies, concluded that surface treatments such as sandblasting with particles of aluminum oxide and silica deposition (Rocatec) performed before or before and after sintering should be avoided for promoting the decrease of the flexural and bon strength as well as form a surface with irregular and defects on zirconia. The use of Er: YAG can represent an efficient method for the surface treatment of zirconia, micromechanical increasing retention and improving the bond strength of the zirconia and vennering ceramic.

KEYWORDS: Zirconium; Laser; Aluminum Oxide; Physical and chemical properties.



SUMÁRIO

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E REVISÃO DA LITERATURA.....	21
2 PROPOSIÇÃO.....	29
3 CAPÍTULOS.....	31
CAPÍTULO 1 <i>Influência do Tratamento de Superfície na Resistência de União da Zircônia com a Porcelana de Cobertura.....</i>	32
CAPÍTULO 2 <i>Avaliação da Resistência à Flexão e das Características Morfológicas e Estruturais das Infraestruturas em Zircônia após Diferentes Tratamentos de Superfície.....</i>	54
CAPÍTULO 3 <i>Efeito do Laser nas Características da Zircônia e na sua Resistência de União com a Porcelana de Cobertura.....</i>	88
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	116
5 REFERÊNCIAS.....	120



1 INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA

1 INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA

As cerâmicas odontológicas são materiais restauradores com ótimas propriedades estéticas que melhor simulam a dentição natural, como também apresentam características desejáveis que incluem translucidez, fluorescência, estabilidade química, biocompatibilidade, alta resistência à compressão, e um coeficiente de expansão térmica similar ao da estrutura dentária^{11,23,32,41,57}.

Durante os últimos 40 anos, a metalocerâmica tem provado ser uma opção confiável de tratamento para próteses parciais fixas e ainda representam o padrão-ouro. No entanto, o interesse crescente pela estética na Odontologia, bem como a biocompatibilidade questionável de alguns metais e ligas dentárias tem acelerado o desenvolvimento de alternativas para restaurações dentárias metalocerâmicas^{11-12,20}.

Como material de substituição ao metal em infraestruturas de próteses fixas, as cerâmicas densas a base de dióxido de zircônio (ZrO_2) estabilizadas com ítrio (3Y-TZP) vêm sendo utilizadas devido às suas propriedades mecânicas, biocompatibilidade e estética. No entanto, esse material necessita de um recobrimento de porcelanas feldspáticas por apresentarem uma baixa translucidez¹¹.

A zircônia pura existe na natureza como um óxido metálico polimórfico, ou seja, exibe estruturas cristalinas estáveis em diferentes temperaturas, que são denominadas monoclinica (baixas temperaturas), tetragonal (acima de $1170^\circ C$) e cúbica (acima de $2370^\circ C$). Para aplicações odontológicas, óxidos metálicos como o óxido de cério (CeO_2), magnésio (MgO) e de ítrio (Y_2O_3) têm sido utilizados para a estabilização parcial da zircônia, por produzir uma matriz cristalina tetragonal metaestável mesmo em temperatura ambiente. No entanto,

uma característica deste material é que ele passa por uma mudança da estrutura cristalina tetragonal para monoclinica durante o resfriamento ou quando submetido a tensões externas^{4,7,11,21,34,51}.

As cerâmicas de Y-TZP têm sido utilizadas como retentores intraradiculares, braquetes ortodônticos e em próteses parciais fixas anteriores e posteriores^{33,38,44}. As restaurações de Y-TZP podem ser obtidas de duas maneiras: por usinagem de um bloco pré-sinterizado de zircônia que após sinterização contrai-se atingindo as dimensões da restauração final e por usinagem direta do bloco sinterizado de fábrica com as dimensões finais da restauração^{22,50}.

Nos estudos a médio prazo, a infraestrutura de Y-TZP exibiu uma alta estabilidade, como material da estrutura. No entanto, algumas deficiências, tais como as discrepâncias marginais e a cárie secundária estavam presentes. O fracasso a longo prazo das restaurações com infraestrutura em zircônia parece ser determinada pelo fraco desempenho das porcelanas de cobertura e da sua ligação a infraestrutura de zircônia³⁵. A delaminação com a exposição das infraestruturas cerâmicas foi descrito como um dos motivos mais freqüentes de falhas de próteses parciais fixas de zircônia. Foram observadas falhas em 15% após 24 meses, 25% após 31 meses, e 8% e 13% após 36 e 38 meses, respectivamente. Estudos mostraram uma taxa de falha de próteses parciais fixas de porcelana com infraestrutura de metal entre 2,7% e 5,5% durante um período de observação de 10 a 15 anos^{16-17,45-47,49,54}.

Uma boa resistência de união é uma preocupação para o sucesso clínico a longo prazo das restaurações de zircônia, e muitos estudos têm abordado a taxa de insucesso elevado associado a zircônia como material

utilizado como infraestrutura²³. Vários materiais de zircônia estão comercialmente disponíveis, e embora os seus procedimentos de fabricação sejam diferentes, eles partilham de uma estrutura química semelhante, e cada fabricante recomenda um tratamento de superfície diferente². De acordo com Fischer et al,²³⁻²⁴ força de união é determinada por uma série de fatores, que incluem as ligações químicas, travamento mecânico, tipo e concentração de defeitos na interface, propriedades umectantes, e o grau de tensão de compressão na camada da porcelana de cobertura.

Na tentativa de reforçar a união entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura é observado na literatura alguns métodos de tratamento de superfície como a utilização do ácido fluorídrico e o jateamento²⁻³. No entanto, ao contrário das cerâmicas à base de sílica, a zircônia não é propensa ao ácido fluorídrico como tratamento de superfície devido às estruturas policristalinas e das partículas livres de vidro. E devido à metaestabilidade de zircônia tetragonal, o tratamento de superfície pode ser responsável por desencadear a transformação da estrutura tetragonal para monoclinica, que faz com que haja a redução de suas propriedades mecânicas e tendência à fratura, o que pode danificar o sucesso a longo prazo das restaurações cerâmicas de zircônia^{10,34,38,39}.

Muitos estudos sugerem que os procedimentos de rugosidade aumentam a resistência de união das restaurações à base de zircônia.^{36-37,53,56} Alguns estudos comentam o uso do jateamento com partículas de óxido de alumínio, revestidas ou não por sílica, em zircônia, no aumento de sua resistência³⁶⁻³⁷. Outros relatam que, dependendo do grau de dano causado à superfície, os valores de resistência após jateamento podem diminuir²⁸⁻³⁰.

Portanto, existe cautela com relação aos efeitos adversos desse tratamento superficial em longo prazo⁵⁸⁻⁵⁹.

A retenção micromecânica é muito importante para a união da infraestrutura de zircônia com a porcelana de cobertura. De acordo com Tsuo et al.⁵² é recomendado um jateamento com partículas de tamanho em torno de 50µm. No entanto, as diferenças no tamanho das partículas e do tempo de aplicação pode induzir uma pressão excessivamente alta durante o jateamento que pode vir a dar início a fase de transição, e acelerar a formação de microfissuras, reduzindo assim as propriedades mecânicas da zircônia^{52,58-59}.

Em geral, o tratamento de superfície é realizado após a sinterização da zircônia. No entanto, isso pode induzir a um aumento da fase monoclinica da zircônia. Com a finalidade de reduzir a fase monoclinica, um tratamento térmico adicional pode ser feito. Assim, pode-se sugerir que o tratamento de superfície das infraestruturas de zircônia seja realizado antes da sinterização, procedimento que pode gerar menor quantidade de estruturas monoclinica⁴².

Esses tratamentos de superfície descritos acima podem induzir a transformação de fase da zircônia. Sabe-se que as propriedades mecânicas da zircônia são fortemente influenciadas pelo conteúdo de fase monoclinica⁴⁸. Para verificar a presença de fase monoclinica e fase tetragonal a técnica da Difração de Raios-X tem sido muito utilizada. A mesma permite determinar as fases cristalinas em materiais cerâmicos, ou seja, estima a relativa quantidade de transformação de fase (t/m) gerados por tensões na superfície do material de Y-TZP⁵.

O teste de resistência à flexão é considerado o teste mais apropriado para se avaliar a resistência de materiais frágeis, pois são mais fracos em

tensão do que em compressão. A resistência à flexão de 4-pontos permite essa avaliação. Este método tem sido usado para se avaliar a resistência de materiais monolíticos e multicamadas⁹⁻²⁶. Os valores médios de flexão variam de acordo com o método e ambiente do teste. Na verdade, somente a mudança do método de teste já pode resultar em valores médios significativamente diferentes de resistência à flexão¹⁹.

A probabilidade de falha de um material frível está estatisticamente distribuída em função do tamanho e distribuição espacial dos defeitos no material. A propagação de uma trinca pode ser induzida por meios mecânicos (polimento ou desgaste), pelo processamento, ou por defeitos intrínsecos (imperfeições dentro da estrutura) e pode enfraquecer as cerâmicas consideradas de alta resistência. A distribuição do número e tamanho dos defeitos justifica a necessidade de um enfoque estatístico para análise de fraturas¹⁹. Um padrão comumente utilizado para descrever o aspecto de confiabilidade estrutural é o módulo de Weibull (m). Altos valores do módulo de Weibull correspondem aos materiais com maior confiabilidade estrutural, ou seja, maior integridade estrutural. A maioria das cerâmicas tem valores de (m) entre 5 e 15³¹. Este método analítico baseado em conceitos estatísticos é facilmente aplicado quando um número razoável de amostras é examinado, e isso permite a probabilidade da fratura ser calculada em função da tensão aplicada⁴⁰.

O padrão de rugosidade adquirido por meio de tratamento de superfície pode ser qualitativamente analisado por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), que nos fornece dados qualitativos da superfície da amostra e, quando seguido da Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) nos indica

as substâncias presentes na superfície.

A causa da fratura de porcelanas de cobertura com infraestruturas de zircônia parece ser multifatorial. Falhas na geometria, espessura da camada de cerâmica insuficiente parecem desempenhar um papel determinante. Além disso, a direção, magnitude e frequência da força aplicada, bem como o tamanho e localização das áreas oclusais podem contribuir para falhas do revestimento cerâmico³⁵.

Em estudos anteriores, a resistência de união com infraestrutura de zircônia foi inferior em comparação com outros sistemas cerâmicos, o que pode sugerir que as infraestruturas de zircônia são mais suscetíveis à delaminação e lascamento¹. Além disso, foi relatado que o tratamento de superfície, tais como jateamento ou deposição triboquímica de sílica ou algum outro tipo de tratamento, teve efeito significativo sobre a resistência adesiva e o modo de falha²⁻³.

O laser de Érbio:ítrio-alumínio-granada (Er: YAG) tem sido proposto para diferentes aplicações da clínica odontológica, incluindo remoção da dentina cariada, o preparo da cavidade, e como um método de tratamento de superfície para restaurações indiretas^{6,8,13,25,27,55}. No substratos dentários, o laser de Er: YAG produz microcrateras durante a ablação de tecido duro, resultando em irregularidades macroscópicas e microscópicas que podem constituir uma superfície de maior adesão⁶. Embora existam muitas informações sobre os efeitos do laser de Er: YAG na irradiação de dentina e esmalte, pouco se sabe sobre a utilização deste laser como tratamento de superfície.

Como até o momento, ainda não existe um protocolo estabelecido com relação ao tratamento de superfície da zircônia e suas modificações estruturais.

O objetivo deste estudo é analisar estruturalmente a zircônia após o tratamento de superfície antes e após a sinterização, como também avaliar a resistência de união da zircônia com a porcelana de cobertura após os diferentes tipos de tratamento de superfície.



2 PROPOSIÇÃO

2 PROPOSIÇÃO

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do tratamento de superfície nas características e propriedades da zircônia e na sua resistência de união com a porcelana de cobertura.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Capítulo 1 Influência do Tratamento de Superfície na Resistência de União da Zircônia com a Porcelana de Cobertura

Artigo a ser submetido para publicação

Capítulo 2 Avaliação da Resistência à Flexão e das Características Morfológicas e Estruturais das Infraestruturas em Zircônia após Diferentes Tratamentos de Superfície

Artigo a ser submetido para publicação

Capítulo 3 Efeito do Laser nas Características da Zircônia e na sua Resistência de União com a Porcelana de Cobertura

Artigo a ser submetido para publicação



3 CAPÍTULOS



CAPÍTULO 1

Influência do Tratamento de Superfície na Resistência de União da Zircônia com a Porcelana de Cobertura

MR Galvão, SGFR Caldas,
BRG Ribeiro, AA Almeida Júnior, GL Adabo, Campos EA, MF
Andrade

Marília Regalado Galvão, Doutoranda, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Sergei Godeiro Fernandes Rabelo Caldas, Doutorando, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro, Mestranda, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Antônio Alves de Almeida Júnior, Doutorando, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Gelson Luis Adabo, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Edson Alves Campos, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Marcelo Ferrarezi de Andrade, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

*Autor Correspondente: Marcelo Ferrarezi de Andrade, Universidade Estadual Paulista – UNESP, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Departamento de Odontologia Restauradora, Araraquara, SP, Brasil. Rua Humaitá, 1680, Araraquara, SP, Brasil. CEP: 14.801-903. Telefone: +55 (016) 3301-6393 Fax: +55 (016) 3301-6393.

e-mail: marceloferrarezi@foar.unesp.br

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união entre a zircônia e a porcelana de cobertura após os diferentes tipos de tratamento de superfície da zircônia, antes, antes e após, e após a sua sinterização. Um total de 70 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia (LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha) foram obtidos e padronizados com 7mm de comprimento, 7mm de largura e 1,7mm de espessura. Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 7 grupos experimentais (C, JAS, JAAS, JPS, RAS, RAAS e RPS) contendo 10 cada um ($n = 10$). Os diferentes tratamentos de superfície foram o jateamento com partículas de óxido de alumínio e a deposição triboquímica de sílica, antes, antes e após e após a sinterização da zircônia, dependendo do grupo a ser avaliado. Posteriormente a porcelana de cobertura foi aplicada e a Máquina de Ensaio Universais EMIC DL-2000 com célula de carga de 500N e a uma velocidade do atuador de 0,5 mm/min foi utilizada para

a realização de teste de resistência de união ao cisalhamento. A superfície de fratura dos corpos-de-prova foi analisada de forma qualitativa, com o auxílio de um estereomicroscópio M80 e o modo de fratura foi determinado para cada grupo, como falha adesiva, coesiva ou mista. O teste estatístico ANOVA a um fator mostrou uma diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização ($p < 0,001$). Uma diferença significativa também foi observada entre o grupo controle e os grupos JAS, JAAS, RAS e RAAS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS e RPS ($p = 0,615$). Em alguns corpos-de-prova, a fratura começou na interface zircônia/porcelana de cobertura e prosseguiu na porcelana, no entanto na maioria dos grupos o modo de fratura predominante foi adesiva. Como o tratamento de superfície realizado após a sinterização pode aumentar a transição de fase da zircônia tetragonal para monoclinica, afetando a resistência mecânica, de acordo com o que foi visto neste estudo não há motivos para indicação de se fazer jateamento ou deposição triboquímica de sílica no intuito de se aumentar a união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia.

INTRODUÇÃO

Apesar do sucesso das restaurações metalocerâmicas, principalmente em termos de resistência à fratura, o aumento do interesse por estética levou pesquisadores a investigar vários materiais e técnicas. Nos últimos 10 anos,

restaurações totalmente cerâmicas (*metal free*) ganharam popularidade entre os pacientes e clínicos¹.

Atualmente, inúmeros materiais estão disponíveis como infraestruturas de restaurações totalmente cerâmicas, dentre estes podemos destacar: cerâmica reforçada por leucita, dissilicato de lítio, alumina e zircônia. Entre os quais, a zircônia oferece muitas qualidades únicas para torná-la o material de escolha como infraestrutura de próteses parciais fixas: alta resistência à flexão, propriedades mecânicas, mecanismo de aumento de tenacidade por transformação, estética, estabilidade estrutural e química¹⁻².

A zircônia (ZrO_2) pura existe na natureza como um óxido metálico polimórfico, ou seja, exibe estruturas cristalinas estáveis em diferentes temperaturas, que são denominadas monoclinica, tetragonal e cúbica. A fase monoclinica é estável a partir da temperatura ambiente até $1170^{\circ}C$ na qual se transforma em fase tetragonal ($1170^{\circ}C$ à $2370^{\circ}C$) e a fase cúbica estável acima de $2370^{\circ}C$. A zircônia pode permanecer na fase tetragonal, na temperatura ambiente, por meio da adição de óxidos metálicos como ítrio (Y_2O_3), magnésio (MgO), cálcio (CaO) e óxido de cério (CeO_2)³⁻⁷.

Para alcançar resultados estéticos ideais, estruturas de zircônia são revestidas por um material cerâmico, onde o acréscimo em camadas da porcelana de cobertura fornece uma restauração definitiva com características estéticas e ópticas individuais. No entanto, na medida em que infraestruturas de zircônia associadas com porcelana tem sido uma vantagem para aumentar o apelo estético, a interface infraestrutura/porcelana de cobertura é determinada pelo fraco desempenho das porcelanas de cobertura e da sua ligação a infraestrutura de zircônia. A delaminação com a exposição das

infraestruturas cerâmicas foi descrito como um dos motivos mais frequente de falhas de próteses parciais fixas de zircônia^{1,2,8}.

Uma boa resistência de união é uma preocupação para o sucesso clínico a longo prazo das restaurações de zircônia, e muitos estudos têm abordado a taxa de insucesso elevado associado a zircônia como material utilizado como infraestrutura⁹. Vários materiais de zircônia estão comercialmente disponíveis, e embora os seus procedimentos de fabricação sejam diferentes, eles partilham de uma estrutura química semelhante, e cada fabricante recomenda um tratamento de superfície diferente¹⁰.

Várias técnicas têm sido estudadas para tornar a superfície da zircônia mais rugosa, e dessa forma tentar melhorar a retenção. Alguns estudos relatam que o uso do jateamento com óxido de alumínio, em zircônia, aumenta a sua resistência de união¹¹⁻¹³. Outros relatam que, dependendo do grau de dano causado à superfície, os valores de resistência após jateamento podem diminuir¹⁴⁻¹⁶, uma vez que o jateamento, ou qualquer outro tipo de tratamento de superfície pode promover uma transição de fase, afetando assim a resistência mecânica e, muito provavelmente, a capacidade de união do material. Contudo, existe cautela com relação aos efeitos adversos desse tratamento superficial¹⁷⁻¹⁸.

Outro método citado na literatura para melhorar a resistência de união entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura é a deposição triboquímica de sílica, uma vez que as partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica jateadas sobre a superfície do substrato possuem uma alta energia cinética e promovem por impacto uma fundição da sílica ao substrato. Onde, dependendo da resistência de união da camada de sílica a infraestrutura

de zircônia, a resistência de união a porcelana de cobertura poderá também ser aumentada. No entanto, não há informação disponível para apoiar tal hipótese⁹.

Como até o momento, os principais fatores associados ao mecanismo de união entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura ainda não são claros, bem como ainda não existe um protocolo estabelecido em qual momento seria o ideal o tratamento de superfície da zircônia, o objetivo deste estudo é avaliar a resistência de união da zircônia com a porcelana de cobertura após os diferentes tipos de tratamento de superfície, antes, antes e após, e após a sinterização da zircônia.

MATERIAIS E MÉTODOS

Este estudo avaliou a resistência de união entre infraestrutura de zircônia/porcelana de cobertura submetidos a diferentes tratamentos de superfície, antes, antes e após, e após a sinterização da zircônia, como pode ser observado na Tabela 1.

Os blocos pré-sinterizados de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha, Lote n°1119900636) foram inicialmente cortados por uma cortadora de precisão Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) cerca de 23% maior que o tamanho final necessário, devido à contração de sinterização.

Um total de 70 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia foram obtidos e padronizados com 7mm de comprimento, 7mm de largura e 1,7mm de espessura. Consecutivamente, foram regularizados com o auxílio de lixas

de carбето de silício de granulação 600 e 1200. Para os grupos que se utilizou a infraestrutura de zircônia sinterizada, os blocos pré-sinterizados foram levados a um forno específico para o sistema LAVA, onde seguiu um ciclo de sinterização de acordo com as recomendações do fabricante.

Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 7 grupos experimentais contendo 10 cada um ($n = 10$). Diferentes tratamentos de superfície foram aplicados à superfície de topo dos corpos-de-prova em cada grupo. No grupo C, nenhum tratamento de superfície foi feito na infraestrutura de zircônia, seja antes ou após a sinterização, e foi usado como controle. Nos grupos JAS e JAAS foram utilizadas partículas de óxido de alumínio com $50 \mu\text{m}$ (Al_2O_3) com o jateador (Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha) durante 10 segundos, a uma distância de 10 mm e pressão 0,5 bar. Da mesma forma, para o grupo que foi utilizado o Rocatec (Faz a deposição triboquímica de sílica), RAS e RAAS foram utilizadas partículas de óxido de alumínio com $30 \mu\text{m}$ (Al_2O_3) recobertas com sílica com o jateador durante 10 segundos, a uma distância de 10 mm e pressão 0,5 bar. Para os grupos JPS e RPS, e para os grupos onde o tratamento foi feito antes e após a sinterização (JAAS e RAAS) foram utilizados os mesmo parâmetros, no entanto a pressão foi aumentada para 2.5 bar, e o tempo para 15 segundos.

Após o tratamento de superfície, os corpos-de-prova foram limpos em banhos de ultrassom contendo água destilada, durante 05 minutos cada, e depois secos com jatos de ar por 01 minuto²⁰.

Os corpos-de-prova, de acordo com o grupo experimental, após o tratamento de superfície foram sinterizados de acordo com as recomendações dos fabricantes.

Para padronizar a aplicação da porcelana de cobertura sobre as infraestruturas de zircônia foi utilizada uma matriz metálica em alumínio. Cerca de 0,350 g do pó da cerâmica Vita VM9 na cor A2 (VITA VM9 BASE DENTINE, lote nº12570) foi misturado com 0,140 g do líquido de modelar Vita (Modelling liquid VITAVM7, VITAVM9 e VITAVM13, lote nº11500) pesados em balança de precisão com sensibilidade de 0,001g (Sartorius AG, Goettingen, Alemanha). Pequenas porções desta massa foram aplicadas e condensadas com uma espátula metálica para cerâmica sobre uma placa de vidro até completar o molde. Após a remoção do excesso do líquido com papel absorvente e do alisamento da superfície com espátula, cada espécime foi retirado da matriz e levado em uma manta de revestimento rígida (EDG, São Carlos, São Paulo, Brasil) para a sinterização no forno Aluminipress (EDG, São Carlos, São Paulo, Brasil) de acordo com o ciclo de sinterização proposto pelo fabricante da porcelana de cobertura (Tabela 2) . Após a queima, a dimensão final do cilindro de porcelana de cobertura foi de 2,4 mm de diâmetro e 3 mm de altura.

Concluída a sinterização de todas peças cerâmicas, cada amostra foi incluída em resina acrílica autopolimerizável Jet (Clássico, São Paulo, SP, Brasil), com auxílio de um tubo em PVC de 20mm de diâmetro (Tigre, Brasil), deixando-se exposta somente a porcelana de cobertura e a superfície externa da infraestrutura.

Para medir a resistência de união, foi utilizado o teste de resistência de união ao cisalhamento com o qual se aplicou uma carga no limite de união entre a infraestrutura e a porcelana de cobertura. Foi utilizado um dispositivo de cisalhamento na máquina universal de ensaios EMIC DL-2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com célula de carga de 500N, a velocidade de atuação de 0,5 mm/min.

Os valores de resistência de união foram calculados de acordo com a seguinte equação: Resistência de União (MPa) = Carga (N)/área (mm²).

Os corpos-de-prova que apresentaram um padrão típico entre os grupos foram selecionadas para observação da superfície fraturada. A superfície de fratura dos corpos-de-prova foi analisada de forma qualitativa, com o auxílio de um estereomicroscópio M80 (Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Suíça) e o modo de fratura foi determinado para cada grupo, como falha adesiva, coesiva ou mista.

A resistência de união foi analisada por meio da Análise de Variância (ANOVA) a um fator com pós teste de Tukey com nível de significância de $\alpha = 0,05$. Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando o software SPSS versão 20,0 para Mac (SPSS Inc, Chicago, IL).

RESULTADOS

A tabela 3 mostra os valores de resistência de união dos grupos avaliados. O teste estatístico ANOVA a um fator mostrou uma diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos

antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização ($p < 0,001$). Diferença significativa foi também observada entre o grupo controle e os grupos JAS, JAAS, RAS e RAAS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo controle e os grupos JPS e RPS ($p = 0,615$).

Houve uma diferença estatística com relação ao momento em que foi realizado os diferentes tipos de tratamentos de superfície, no entanto, o tipo de tratamento não influenciou na resistência de união entre a infraestrutura em zircônia com a porcelana de cobertura. Em valores absolutos, o grupo tratado com jateamento após a sinterização foi o que obteve maiores resultados de resistência de união ($27,26 \pm 3,85$), seguido do grupo controle, enquanto que o grupo tratado com jateamento antes da sinterização obteve a menor média ($12,73 \pm 5,62$) (Tabela 3).

As superfícies fraturadas foram visualmente analisadas com um microscópio para determinar os modos de falha, que foram classificados da seguinte forma: fratura coesiva (dentro da camada da porcelana), fratura adesiva (entre a zircônia e a porcelana) e mista (combinação da coesiva e adesiva). Em alguns corpos-de-prova, a fratura começou na interface zircônia/porcelana de cobertura e prosseguiu na porcelana, no entanto na maioria dos grupos o modo de fratura predominante foi adesiva (Figura 1). A presença da porcelana de cobertura sobre a zircônia foi visível na maioria dos corpos-de-prova.

DISCUSSÃO

Após o teste de resistência de união, pode-se notar que a porcelana de cobertura permaneceu em menos da metade na superfície de quase todos corpos-de-prova. Dessa maneira, podemos observar que a união entre a zircônia e a porcelana de cobertura foi menor que a resistência coesiva da porcelana de cobertura.

De acordo com Kim et al,¹³ a porcelana de cobertura apresenta como característica muitos poros e defeitos intrínsecos, e isto pode ser a principal razão para a falha de união entre a infraestrutura em zircônia e porcelana de cobertura, principalmente quando eles estiverem presentes na interface.

Clinicamente, a maior parte do fracasso ocorre justamente na interface entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura. Os padrões de falha incluem delaminação e lascamento. Então, de acordo com alguns autores para aumentar a força de ligação é necessário a utilização de um ou mais métodos de tratamento de superfície^{9,13}. Autores de estudos anteriores relataram que o tratamento de superfície na zircônia, tais como jateamento ou deposição triboquímica de sílica teve um efeito significativo na resistência de união. No entanto, até hoje, os principais fatores do mecanismo de união entre a zircônia e a porcelana de cobertura ainda não foram demonstrados^{10,13,19}.

De acordo com Kosmac et al,¹¹ Moon et al,²⁰ o jateamento ou mesmo a deposição triboquímica de sílica após a sinterização pode gerar estresse na superfície da zircônia e acelerar a transformação de fase tetragonal para monoclinica, no entanto, o processo de sinterização pode reduzir a proporção da fase monoclinica. Acreditava-se que o tratamento de superfície feito na infraestrutura de zircônia pré-sinterizada, diminuiria a quantidade da fase

monoclínica após a sinterização e ainda poderia se alcançar como resultado uma estrutura final de infraestrutura em zircônia com mais irregularidades, mais rugosidades e com uma área de maior contato com a porcelana de cobertura, aumentando a união^{1,9}.

No entanto, tanto o jateamento quanto a deposição triboquímica de sílica feitos antes ou antes e após a sinterização, não foram capazes de aumentar a resistência de união. E quando foram feitos após a sinterização, não foram estatisticamente diferentes do controle. A rugosidade da superfície criada pelo jateamento ou deposição triboquímica de sílica não foram necessários ou suficientes para se obter altos valores de resistência de união, como foi observado na Tabela 2.

A resistência de união observada neste estudo variou entre $12,73 \pm 5,62$ e $27,26 \pm 3,85$ MPa (Tabela 3). De acordo com Craig et al,²¹ uma união adequada para restaurações metalocerâmicas ocorre quando resistência é maior do que 25 Mpa, enquanto que, entre as infraestruturas em zircônia a porcelana de cobertura a resistência de união recomendada é entre 21,9 - 31,0 MPa²². No entanto, neste trabalho apenas os grupos C, JPS e RPS mostraram uma resistência média semelhante a da que foi recomendada.

De acordo com Fischer et al,⁹ a união entre a zircônia e porcelana de cobertura não é apenas influenciada pelos tratamentos de superfície, mas também por outros fatores como ligações químicas, tipo e concentração de defeitos na interface, travamento mecânico, propriedades umectantes, e o grau de tensão de compressão na camada da porcelana de cobertura. Ainda não se sabe ao certo se a natureza de união entre a zircônia e a porcelana de cobertura é mecânico ou químico.

Dentro das limitações deste estudo, foram encontradas diferenças significativas entre os grupos que tiveram os tratamentos de superfície feitos antes, antes e após, com o que foi realizado apenas após a sinterização. No entanto não foi observado diferença entre este último e o controle, que não justifica a realização, pelo menos em termos de resistência de união, de tratamento de superfície das infraestruturas de zircônia.

Vale ressaltar ainda que neste estudo a dimensão dos corpos-de-prova não foi semelhante à estrutura das coroas cerâmicas com infraestrutura em zircônia. Diferentes padrões de fratura dessas coroas dependem também da força oclusal e posição de contato com os dentes antagonistas. Como tal, os corpos-de-prova deste estudo não podem refletir plenamente a situação clínica. Além disso, o procedimento de estratificação da porcelana foi feito em apenas uma camada e queima, diferentemente do que é realizado nos laboratórios, onde estratificação é feita em inúmeras camadas e várias queimas são realizadas. A contração e expansão que ocorre com estes procedimentos podem resultar em uma força de união muito maior¹³. Estas diferenças entre o projeto experimental e situações clínicas representam limitações do estudo.

CONCLUSÕES

A resistência de união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia submetida a diferentes tipos de tratamento de superfície foi significativamente maior quando nenhum tipo de tratamento foi realizado ou quando o jateamento com partículas de óxido de alumínio ou a deposição triboquímica de sílica foram realizados após a sinterização.

E como é visto na literatura que o tratamento de superfície realizado após a sinterização pode aumentar a transição de fase da zircônia tetragonal para monoclinica, afetando a resistência mecânica, de acordo com o foi visto neste estudo não há motivos para indicação de se fazer jateamento ou deposição triboquímica de sílica no intuito de se aumentar a união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. No entanto, por se tratar de um estudo laboratorial, estudos clínicos também devem ser realizados para demonstrar o efeito a longo prazo dos diferentes protocolos de tratamento de superfície.

Agradecimentos

Este estudo foi suportado pela CAPES Brasil.

REFERÊNCIAS

1. Ozkurt Z, Kazazoglu E, Unal A. *In vitro* evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zircônia. *Dent Mat J*. 2010; 29(2): 138-46.
2. Borges GA, Sophr AM, Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prost Dent*. 2003; 89(5): 479-88.
3. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater* 2008; 24(9): 1268-72.
4. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mat*. 1998; 14(1): 64-71.
5. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater*. 2002; 18(8): 590-5.
6. Evans AG. Perspective on the development of high toughness ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1990; 73(2): 187-206.
7. Swain MV, Hannink RHJ. Metastability of the martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy: grinding studies. *J Am Ceram Soc*. 1989; 72(8): 1358-64.
8. Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Schärer P. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int*. 2006; 37(9): 685-93.
9. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J*. 2008; 27(3): 448-54.
10. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont*. 2008; 17(5): 401-8.
11. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TPZ zirconia ceramic. *Dent Mater*. 1999; 15(6): 426-33.

12. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater. Res* 2000; 53(3): 304-13.
13. Kim HJ, Lim HP, Park YJ, Vang MS. Effect of zirconia surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011; 105(5): 315-22.
14. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of allceramic materials, Part II: zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004; 20(5): 449-56.
15. Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP). *Biomater.* 2004; 25(20): 5045-52.
16. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of grinding, sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina reinforced dental ceramic. *Biomater.* 2004; 25(11): 2153-60.
17. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater.* 2004; 71(2): 381-6.
18. Zhang y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont.* 2006; 19(5): 442-8.
19. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent Mater.* 2006; 22(9): 857-63.
20. Moon J, Kim S, Lee J, Ha S, Choi Y. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mat.* 2011; 27(7): 651-63.
21. Craig RG, Powers JM, Wataha JC. *Dental materials: properties and manipulation.* 8th ed. St. Louis: Mosby; 2004:578-580.

- 22.** Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hammerle CH. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater.* 2009; 25(4): 419-23.

Tabela 1- Divisão dos grupos a serem analisados neste trabalho.

Grupo	Código
Controle	C
Jateamento Antes Sinterização	JAS
Jateamento Pós Sinterização	JPS
Jateamento Antes e Após Sinterização	JAAS
Rocatec Antes Sinterização	RAS
Rocatec Pós Sinterização	RPS
Rocatec Antes e Após Sinterização	RAAS

Tabela 2- Ciclo de sinterização da cerâmica feldspática VITA VM9 proposto pelo fabricante.

Programa	Inicial	Aquecimento/Sinterização	Resfriamento
Temperatura	500 °C	910 °C	Temp. Ambiente
Velocidade	-	55 °C/min	*
Patamar	6 min	1 min	-
Atmosfera	Ar	Vácuo	Ar

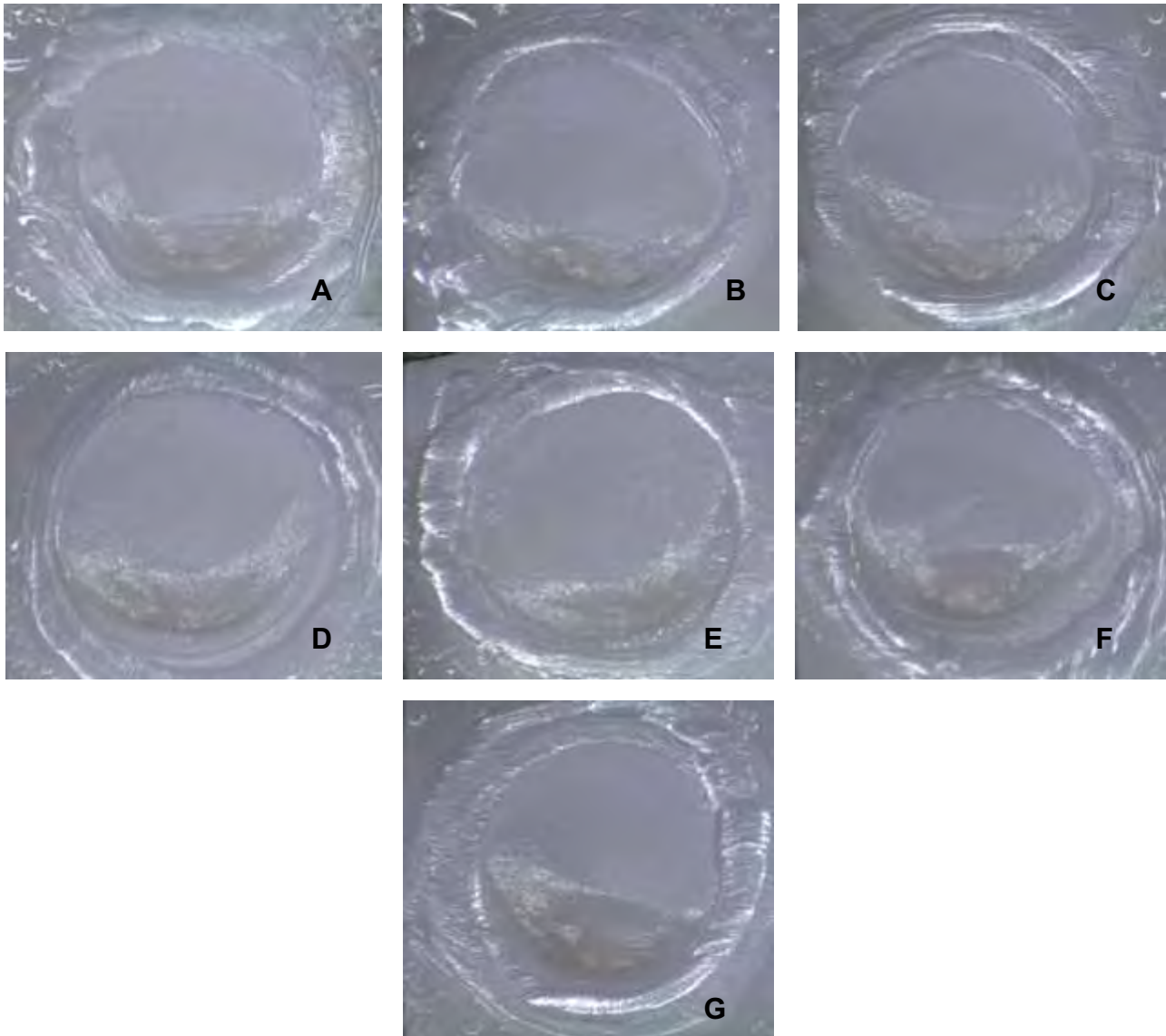
* O fabricante da cerâmica VITA VM9 não determina uma taxa de resfriamento precisa, apenas relatando a abertura do forno em 75% VACUMAT (VITA).

Tabela 3- Média (MPa), Desvio-Padrão e p valor para a resistência de união dos grupos avaliados.

Grupo	Média	DP		p valor
C	23,64	5,54	A	<0.0001
JAS	12,73	5,62	B	
JPS	27,26	3,85	A	
JAAS	13,62	4,31	B	
RAS	15,69	6,02	B	
RPS	23,17	6,04	A	
RAAS	13,53	5,67	B	

* Letras diferentes denota diferença estatística significativa ($p < 0.001$)
 Teste de Levene $p = 0,334$

Figura 1 – A fratura foi predominante adesiva nos corpos-de-prova submetidos aos diferentes tipos de tratamento de superfície em etapas diferentes de sinterização da zircônia. Controle (A); JAS (B); JAAS (C); JPS (D); RAS (E); RAAS (F); RPS (G).





CAPÍTULO 2

Avaliação da resistência à flexão e das características morfológicas e estruturais das infraestruturas em zircônia após diferentes tratamentos de superfície

MR Galvão, SGFR Caldas,
BRG Ribeiro, AA Almeida Júnior, GL Adabo, JRC Saad, MF
Andrade

Marília Regalado Galvão, Doutoranda, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Sergei Godeiro Fernandes Rabelo Caldas, Doutorando, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro, Mestranda, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Antônio Alves de Almeida Júnior, Doutorando, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Gelson Luis Adabo, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

José Roberto Cury Saad, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Marcelo Ferrarezi de Andrade, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

*Autor Correspondente: Marcelo Ferrarezi de Andrade, Universidade Estadual Paulista – UNESP, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Departamento de Odontologia Restauradora, Araraquara, SP, Brasil. Rua Humaitá, 1680, Araraquara, SP, Brasil. CEP: 14.801-903. Telefone: +55 (016) 3301-6393 Fax: +55 (016) 3301-6393.

e-mail: marceloferrarezi@foar.unesp.br

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à flexão em 4 pontos e as características morfológicas e estruturais da infraestrutura em zircônia após os diferentes tipos de tratamento de superfície. Um total de 210 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia (LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha) foram obtidos e padronizados com 22mm de comprimento, 4 mm de largura e 1,2 mm de espessura. Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 7 grupos experimentais (C, JAS, JAAS, JPS, RAS, RAAS e RPS). Os diferentes tratamentos de superfície foram o jateamento com partículas de óxido de alumínio e deposição triboquímica de sílica, antes, antes e após e após a sinterização da zircônia, dependendo do grupo a ser avaliado. Em seguida, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de flexão em 4 pontos em máquina de ensaio universal EMIC DL-2000 com velocidade de 0,5 mm/min até o rompimento das mesmas. A análise de Difração de Raios-X foi utilizada para determinar a transformação de fase. A estrutura da zircônia e a topografia da

superfície foram analisadas por meio da microscopia eletrônica de varredura. Os dados de resistência à flexão foram estatisticamente analisados por meio de ANOVA a um fator com pós teste de Tamhane com nível de significância de $\alpha = 0,05$. ANOVA mostrou uma diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização, com exceção do grupo RAAS ($p < 0,001$). Uma diferença significativa foi também observada entre o grupo controle e os grupos JAS, JAAS e RAS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS, RPS e RAAS. Os valores de Weibull, módulo (m) e resistência característica (σ_0) foram, respectivamente: C: 6,64 e 790,00; JAS: 5,35 e 645,94; JAAS: 4,95 e 572,22; RAS: 4,61 e 612,69; RAAS: 5,29 e 659,96; JPS: 7,24 e 792,69; e RPS: 7,61 e 824,47. Concluiu-se que os tratamentos de superfícies realizados antes ou antes e após a sinterização devem ser evitados por promoverem a diminuição dos valores de resistência à flexão, além de formarem um superfície irregular e com defeitos na zircônia.

INTRODUÇÃO

A evolução das cerâmicas densas a base de dióxido de zircônio estabilizadas com ítrio (Y-TZP) introduziu uma nova classe de cerâmicas dentárias ao mercado, e embora Y-TZP tenha sido utilizada como um biomaterial cerâmico em aplicações médicas desde os anos 60, seu uso na odontologia é relativamente recente¹⁻².

A zircônia difere de outros materiais não só pela sua maior resistência à fratura (> 1000 MPa), flexão (pode alcançar valores entre 700-1200 Mpa) e

tenacidade (6-10 MPa¹²), quando comparadas ao sistemas cerâmicos com grande percentual de fase vítrea, como também devido à sua biocompatibilidade, estabilidade química e estética, pela fabricação de infraestruturas para coroas e próteses parciais fixas totalmente livres de metal. Contudo, por esse material apresentar uma baixa translucidez necessita de um recobrimento de porcelanas feldspáticas³.

Falhas clínicas das infraestruturas Y-TZP, devido ao lascamento da porcelana de cobertura, são descritas como sendo de 13,0% após um período de observação de três anos e de 15% após 2 anos⁴⁻⁵. Uma eficiente força de união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura em zircônia é, portanto, uma preocupação para o sucesso clínico a longo prazo das restaurações de zircônia. A força de união pode ser determinada por uma série de fatores: travamento mecânico, tipo e concentração de defeitos na interface, propriedades umectantes, e o grau de tensão de compressão na camada da porcelana de cobertura⁶⁻⁷.

Um dos principais mecanismos para uma união adequada entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura é o travamento mecânico. A rugosidade das superfícies internas das infraestruturas aumenta a área disponível para a penetração da porcelana, reforçando a sua união mecânica⁸⁻⁹.

O condicionamento com ácido fluorídrico a 5-10% é um método bem adequado para o tratamento de superfície de cerâmicas à base de sílica, pois ele remove seletivamente a matriz vítrea de alguns sistemas cerâmicos, expondo as estruturas cristalinas, resultando em perda de substâncias e um aumento da rugosidade da superfície¹⁰⁻¹¹. No entanto, materiais cerâmicos de

alta resistência, tais como Y-TZP não são adequados para o condicionamento ácido, uma vez que não apresentam a fase vítrea. Por esta razão, outros métodos alternativos para o tratamento de superfícies internas de Y-TZP são necessários⁹.

De acordo com o padrão de rugosidade adquirido por meio de tratamento de superfície, ele pode ser qualitativamente analisado por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), que nos fornece dados qualitativos da superfície da amostra e, quando seguido por Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) nos indica as substâncias presentes na superfície¹²⁻¹³.

O jateamento com partículas de óxido de alumínio é um tratamento de superfície geralmente usado para materiais cerâmicos, onde são utilizadas partículas com tamanhos que variam de 25-250 μm . Essas partículas podem ou não ser revestidas por sílica^{9,14}. O processo abrasivo remove camadas superficiais, aumentando a área disponível para a ligação, e melhora a molhabilidade. No entanto, falhas criadas pelo jateamento pode funcionar como iniciadores de trincas em materiais Y-TZP, comprometendo as suas propriedades mecânicas a longo prazo¹⁴⁻¹⁶. Além disso, o jateamento também podem induzir à transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$), alterando a superfície estrutural, bem como afetando as propriedades mecânicas do material. O teste de resistência à flexão é considerado o teste mais apropriado para se avaliar a resistência de materiais¹⁷.

O tratamento de superfície, em geral, é feito após a sinterização da zircônia, no entanto isto pode induzir um aumento da fase monoclinica. A fim de reduzir a fase monoclinica, pode-se sugerir que o tratamento de superfície seja

feito na infraestrutura de zircônia pré-sinterizada, e então o próprio procedimento de sinterização pode gerar menos quantidade de estruturas monoclinicas do que o jateamento feito após o procedimento de sinterização¹⁸.

Um dos métodos para verificar a presença de fase monoclinica e fase tetragonal é o ensaio de Difração de Raios-X. A mesma permite determinar as fases cristalinas em materiais cerâmicos, ou seja, estima a relativa quantidade de transformação de fase ($t \rightarrow m$) geradas por tensões na superfície do material de Y-TZP⁹.

Como até hoje pouco se sabe sobre os efeitos dos diferentes tipos de tratamento de superfície sobre as estruturas de Y-TZP, o objetivo do presente estudo foi comparar a resistência à flexão das infraestruturas de zircônia, após os diferentes tipos de tratamento de superfície, antes e após a sinterização, bem como avaliar a superfície por meio de MEV e verificar a presença de fases monoclinica e tetragonal pelo ensaio da Difração de Raios-X.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material que foi utilizado para este estudo está descrito na Tabela 1.

Os blocos pré-sinterizados de zircônia (LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha, Lote n°1119900636) foram inicialmente cortados por uma cortadora de precisão Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) cerca de 23% maior que o tamanho final necessário, devido à contração de sinterização.

Ensaio de Resistência à flexão

Para o ensaio de resistência à flexão um total de 210 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia foram obtidos e padronizados com 22mm de

comprimento, 4 mm de largura e 1,2 mm de espessura. Consecutivamente, foram regularizados com o auxílio de uma lixa de carbetto de sílcio de granulação 600 e 1200.

Os corpos-de-prova foram aleatoriamente divididos em 7 grupos experimentais (n=30), como pode ser observado na Tabela 2. Diferentes tratamentos de superfície foram aplicadas à superfície de topo dos corpos-de-prova em cada grupo. No grupo C, nenhum tratamento de superfície foi feito no infraestrutura de zircônia, seja antes ou após a sinterização, e foi usado como controle. Nos grupos JAS e JAAS foram utilizadas partículas de óxido de alumínio com 50 μm (Al_2O_3) com o jateador (Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha) durante 10 segundos, a uma distância de 10 mm e pressão 0,5 bar. Para realização da deposição triboquímica de sílica o Rocatec foi utilizado, RAS e RAAS foram utilizadas partículas de óxido de alumínio com 30 μm (Al_2O_3) recobertas com sílica com o jateador durante 10 segundos, a uma distância de 10 mm e pressão 0,5 bar. Para os grupos JPS e RPS, e para os grupos onde o tratamento foi feito antes e após a sinterização (JAAS e RAAS) foram utilizados os mesmo parâmetros, no entanto a pressão foi aumentada para 2.5 bar, e o tempo para 15 segundos.

Após o tratamento de superfície, os corpos-de-prova foram limpos em banhos de ultrassom contendo água destilada, durante 05 minutos cada, e depois secos por 01 minuto.¹⁸

Os corpos-de-prova, de acordo com o grupo experimental, após o tratamento de superfície foram sinterizados de acordo com as recomendações dos fabricantes.

O ensaio de resistência à flexão, em quatro pontos, foi realizado na máquina de ensaios universais EMIC DL-2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com célula de carga de 10 kN e velocidade de 0,5 mm/min de acordo com a norma ISO 6872. Os valores de resistência à flexão foram calculados a partir da seguinte equação:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (1.1)$$

onde:

σ_f é a tensão de flexão, em MPa;

L é a distância entre os suportes (span), em mm;

F é a força, em N, no momento da fratura;

b é a largura do espécime, em mm, e

h, a espessura, em mm.

Dois dispositivos foram utilizados: uma mesa com dois apoios (1,6 mm de diâmetro) distantes 20 mm entre si, na porção inferior, e um dispositivo com duas pontas ativas para aplicação da força no corpo-de-prova, na porção superior. A superfície tratada ficou posicionada para baixo, ou seja, sob tração e, contrariamente, a superfície oposta permaneceu sob compressão. (Figura 1)

Para avaliar a confiabilidade dos compostos cerâmicos, os valores de resistência à flexão foram submetidos à análise estatística de Weibull, utilizando a equação, a seguir:

$$P = 1 - \exp\left\{-\left[\frac{\sigma}{\sigma_0}\right]^m\right\}$$

(1.2)

onde:

P = probabilidade de falha;

m = módulo de Weibull;

σ = tensão de ruptura do material

σ_0 = resistência característica.

O módulo de Weibull, indicado por “m”, e a resistência característica, representada por “ σ_0 ”, foram obtidos transformando a equação 1.2 na equação 1.3, e plotando os resultados, no plano Cartesiano “ $\ln\{\ln(1/(1-P))\}$ vs $\ln \sigma$ ”, que é um recurso para transformar a relação entre ‘P’ e ‘m’ em uma reta.

$$\ln\left(\frac{1}{1-P}\right) = m \cdot \ln \sigma - m \cdot \ln \sigma_0$$

(1.3)

O módulo de Weibull “m” foi determinado utilizando fatores de correção, segundo o número de amostras utilizadas, e aplicando-se a norma DIN-51-110.

A média e o desvio-padrão (DP) da resistência à flexão (n = 30) foram analisados por meio da Análise de Variância (ANOVA) um fator e pós teste de

Tamhane para comparações múltiplas com significância de $\alpha = 0,05$. Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando o software SPSS versão 20,0 para Mac (SPSS Inc, Chicago, IL).

Avaliação Morfológica e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

Dois corpos-de-prova, representativos de cada grupo experimental, foram preparados para análise microscópica de suas superfícies após os diferentes tipos de tratamentos de superfície, de acordo com o grupo experimental. A avaliação foi feita utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol JSM-7500F Field, Japão). Para a leitura no microscópio, os corpos-de-prova foram recobertos com uma fina camada de carbono para melhor visualização da superfície. As imagens de cada superfície foram registradas com ampliações em 300X a 1000X. O microscópio foi utilizado a uma tensão de aceleração de 15 kV com uma distância de trabalho entre 15 e 27 mm.

A análise dos elementos químicos presentes nas amostras cerâmicas foi feita pela técnica do EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X ou Energy Dispersive Spectrometry – EDS). Esta é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS foi acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para análises. O EDS foi utilizado com 133 eV de resolução. As leituras de cada amostra foram realizadas com distância de trabalho de 15 mm e 7kV de voltagem de aceleração. A intensidade lida de radiação X para cada área foi em média de

4000 pulsos/s, durante tempo de leitura de 40s. Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção dos espectros de concentração de cada elemento químico presentes nas amostras.

Análise de Difração de Raios-X

A Análise de Difração de Raios-X consistiu na irradiação da superfície da cerâmica (7,3 μm em profundidade) com um feixe monocromático de $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) filtrado com níquel, a uma tensão de 40 kV e 45 mA. Os raios foram refletidos pela superfície da amostra tratada e captados por um sensor localizado no lado oposto ao do feixe de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclínica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura, como se fosse uma impressão digital. Estes picos, representados no gráfico pelo eixo y (“intensidade”), correspondem à distância entre a face superior e a face inferior de cada plano de átomos da estrutura cristalina da zircônia. A leitura desta distância pode ser influenciada pela posição do átomo na estrutura (vertical, horizontal ou inclinado) ou pelo ângulo de incidência dos raios-X (eixo x = 2θ).

Esta análise foi feita em equipamento da marca Rigaku (o qual apresenta radiação “ $\text{Cu-K}\alpha$ ”, com varredura entre 27° e 65° , aplicou-se passo angular de $0,02^\circ$ e 0,5 segundos de varredura por ponto de contagem) com o objetivo de identificar as fases, tetragonal e monoclínica, da zircônia, antes e após o tratamento de superfície.

Para identificação das fases, o programa SearchMatch foi utilizado.

RESULTADOS

As médias e desvio-padrão para cada grupo avaliado estão apresentados na Tabela 3.

Pode-se observar que o grupo C apresentou diferença estatisticamente significativa em relação aos grupos JAS, JAAS e RAS. No entanto não houve diferença estatística entre o JAAS e o grupo RAAS. Os menores valores de média de resistência à flexão foram obtidos com o grupo JAS ($527 \pm 104,23$). Enquanto que os maiores valores foram observados pelo grupo RPS ($791,33 \pm 201,25$).

Pode-se observar que houve muito mais uma influência com relação ao momento em que foi realizado os diferentes tipos de tratamentos de superfície (antes, antes e após ou após a sinterização) do que o tipo de tratamento que foi realizado na infraestrutura de zircônia.

Os resultados de Weibull são mostrados na Tabela 4.

O módulo de Weibull (m) encontrado para os grupos foi de 6,64 para o grupo C; 5,35 para JAS; 4,95 para o JAAS; 4,61 para RAS, 5,29 para RAAS, 7,24 para JPS e 7,61 para RPS. Pode-se observar, que os grupos pelos quais o tratamento de superfície foi feito após a sinterização dos corpos-de-prova, obtiveram praticamente o mesmo módulo de Weibull. Em outras palavras, estes grupos apresentaram maior confiabilidade estrutural, ou seja, melhor integridade estrutural que os demais grupos.

Na Tabela 4, podemos ainda analisar que a resistência característica (σ_0) variou entre 572,22 e 824,47. Sendo o menor e maior valor encontrado nos grupos JAAS e RPS, respectivamente.

As imagens em MEV e as respectivas análises EDS revelaram morfologias diferentes das superfícies e estão representadas nas figuras 2, 3, 4, 5, 6, 7 e 8. Pode-se observar que a topografia de todos os grupos foi diferente entre si. Nos corpos-de-prova submetidos ao jateamento e a deposição triboquímica de sílica, principalmente quando o tratamento foi feito antes ou antes e após a sinterização, houveram alterações superficiais evidentes na Y-TZP quando comparadas à superfície do grupo controle.

Na superfície do grupo controle (Fig. 2a) foram observadas ranhuras suaves devido ao processo de corte e polimento. O jateamento levou a uma superfície claramente mais áspera, principalmente quando foi feito antes da sinterização (Fig. 3a e 4a). Após a deposição triboquímica de sílica, nódulos foram observados na superfície (Fig. 6a, 7a e 8a).

Os componentes químicos encontrados no EDS confirmaram a presença dos seguintes elementos químicos: Al, Si, Zr e O, com diferentes percentuais.

Os gráficos obtidos após Difração de Raios-X das superfícies para os corpos-de-prova dos grupos controle e experimentais estão representados pela Figura 9.

Pode-se observar em todos os corpos-de-prova de grupos experimentais, picos característicos das fases tetragonal- 30° e monoclinica- 28° , $31,2^\circ$ da zircônia (Figura 9). Para o grupo controle, onde não houve tratamento de superfície, e para os grupos JAS e RAS não se observaram picos da fase monoclinica, apenas se verificou os picos da fase tetragonal.

DISCUSSÃO

Evidências têm indicado que o sistema totalmente cerâmico pode ser utilizado em região de molares, no entanto, próteses parciais fixas na região posterior fabricadas apenas com materiais cerâmicos tem probabilidade de fracasso.¹⁹

Sailer et al.⁵ observaram que as taxas de sobrevivência em 5 anos foram significativamente mais baixas para os sistemas totalmente cerâmicos quando comparados as próteses metalocerâmicas. A razão mais frequente para falha das próteses fixas com cerâmicas vítreas e cerâmicas infiltradas com vidro foi a fratura na prótese, seja na infraestrutura ou na porcelana de cobertura. No entanto, embora as taxas de sucesso para a infraestrutura em zircônia tenha sido de 97,8%, a taxa de sobrevivência foi de apenas 73,9% devido a outras complicações. O lascamento da porcelana de cobertura foi encontrado em 15,2% dos casos.

O jateamento é um dos procedimentos utilizados para melhorar a união entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura. No nosso estudo, foi utilizado o jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, pois de acordo com alguns autores, jateamento com partículas menores resultam em aumento da resistência da Y-TZP enquanto o uso de partículas com 120 µm enfraquece o material.²⁰ Os resultados encontrados no presente estudo revelaram que o jateamento com alumínio aumentou a resistência à flexão da Y-TZP, quando foi realizado após a sinterização, no entanto, não teve diferença estatística significativa em relação ao controle. E isto pode ter ocorrido provavelmente devido ao impacto do jateamento ter causado defeitos microestruturais e danos à superfície, demonstrado nas imagens do MEV,

levando a formação de microtrincas, formando pontos de fragilidade e, conseqüentemente, diminuindo a resistência do material, principalmente quando o jateamento foi feito antes, e antes e após a sinterização.

De acordo com Kosmac et al.¹³ o jateamento com partículas de óxido de alumínio é um dos processos mais sutis para introduzir irregularidades na superfície que não prejudica a resistência da Y-TZP. No entanto, os protocolos de jateamento não são padronizados entre as pesquisas, e muitas são as variáveis que podem ser induzidas (distância, tempo, pressão, angulação de jateamento e tamanho da partícula) e interferir no resultado final.

A deposição triboquímica de sílica também é capaz de promover uma rugosidade superficial pois seu impacto promove uma reação com uma alta temperatura de contato que impregna as partículas de sílica na superfície da zircônia. Neste estudo, a deposição triboquímica de sílica após a sinterização, promoveu aumento da resistência à flexão, no entanto não foi estatisticamente diferente do controle nem do jateamento após a sinterização. As mesmas condições de jateamento com alumínio e sílica foram realizadas nesta pesquisa apesar do tamanho da partícula de sílica ser menor (30 μm). Talvez isso explique uma pequena diferença de valores de resistência quando comparados ao óxido de alumínio. A partícula de sílica utilizada foi menor do que a partícula de alumínio (50 μm). Uma partícula menor causaria menos danos à superfície da zircônia levando à menor incorporação de defeitos na estrutura e, conseqüentemente, apresentaria maiores valores do módulo de Weibull e maiores valores de resistência à flexão. E quando o tratamento de superfície foi feito antes ou antes e após a sinterização causou mais irregularidades e defeitos a estrutura da zircônia, como pode ser observado nas figuras 3a, 4a,

6a e 7a, e conseqüentemente menores valores do módulo de Weibull e menores valores de resistência à flexão.

Segundo Della Bona et al,¹⁷ a confiabilidade estrutural das cerâmicas é o principal fator para o sucesso clínico dos sistemas cerâmicos. A complexa distribuição de estresse e dados de resistência sozinhos não podem ser extrapolados para prever a performance estrutural das cerâmicas. Assim, análises de confiabilidade podem otimizar os resultados assegurando o sucesso do uso das cerâmicas nas exigentes aplicações estruturais. O módulo de Weibull (m) é comumente utilizado como parâmetro estatístico para descrever a confiabilidade estrutural. Valores altos de módulo de Weibull correspondem a altos níveis de integridade e confiabilidade estrutural. A maioria das cerâmicas tem m entre 5-15, enquanto metais variam entre 30-100. Este método analítico baseado em conceitos estatísticos é facilmente aplicado quando um número razoável de espécimes é examinado e isso permite que a probabilidade de fratura seja calculada em função do estresse aplicado.

O tratamento de superfície, em geral, é feito após a sinterização da zircônia, no entanto isto pode induzir um aumento da fase monoclinica. A fim de reduzir a fase monoclinica, pode-se sugerir que o tratamento de superfície seja feito na infraestrutura de zircônia pré-sinterizada, e então o próprio procedimento de sinterização pode gerar menos quantidade de estruturas monoclinicas do que o jateamento feito após o procedimento de sinterização.¹⁸ No nosso estudo os padrões de Difração de Raios X das superfícies tratadas antes e após e após a sinterização identificaram transformação de fase ($t \rightarrow m$). Essa observação foi similar aos estudos realizados por outros autores.

De uma forma geral os grupos que obtiveram resultados mais favoráveis de resistência à flexão, com boa confiabilidade, e relativa rugosidade superficial, foram os grupos cujo tratamento de superfície foi o jateamento ou a deposição triboquímica de sílica após a sinterização da zircônia, ou o grupo controle que não recebeu nenhum tipo de tratamento de superfície.

No que se refere à longevidade deste tipo de tratamento, pelas imagens no MEV onde foi verificada a presença de defeitos estruturais introduzidos pelo impacto pelo jateamento ou deposição triboquímica de sílica na superfície da zircônia antes e antes e após a sinterização, associada aos valores baixos de resistência à flexão, e extrapolando os resultados obtidos nesta pesquisa, os grupos JAS, JAAS, RAS e RAAS foram os grupos que obtiveram piores resultados estruturais e mecânicos. No entanto, para se ter uma conclusão mais plausível com relação à longevidade deste tipo de tratamento, mais pesquisas devem ser realizadas neste sentido.

É importante ressaltar, que além de conhecer as técnicas disponíveis para tratar a superfície da Y-TZP adequadamente, é imprescindível que conheçamos os materiais que estão sendo manipulados para se atingir as melhores propriedades dos mesmos, levando a uma maior longevidade das restaurações e conseqüentemente, gerando satisfação de nossos pacientes e profissionais.

CONCLUSÕES

Dentro das limitações e resultados encontrados neste trabalho, pode-se concluir que:

- O momento em que foi realizado os diferentes tratamentos de superfície influenciou a resistência à flexão da Y-TZP, tendo seu valor aumentado quando se utilizou o jateamento e a deposição triboquímica de sílica após a sinterização da zircônia e, diminuído quando se fez o tratamento de superfície antes ou antes e após a sinterização da zircônia;
- O tratamento de superfície com maior módulo de Weibull foi o jateamento e deposição triboquímica de sílica realizados após a sinterização da zircônia;
- Todos os tratamentos de superfície feitos antes e após e após a sinterização da zircônia promoveram transformação de fase de tetragonal para monoclínica;
- O jateamento e a deposição triboquímica de sílica, quando realizados antes e antes e após a sinterização da zircônia, promoveram a formação de irregularidades e defeitos estruturais maiores do que quando realizados após a sinterização.

Agradecimentos

Este estudo foi suportado pela CAPES Brasil.

REFERÊNCIAS

1. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond Strength of Resin Cements to a Zirconia Ceramic with Different Surface Treatments. *Oper Dent*. 2009; 34(3): 280-7.
2. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2006; 22(2): 195-200.
3. Borges GA, Sophr AM, Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prost Dent*. 2003; 89(5): 479-87.
4. Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Schärer P. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int*. 2006; 37(9): 685-93.
5. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2007; 20(4): 383-8.
6. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J*. 2008; 27(3): 448-54.
7. Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hämmerle CH. Shear bond strength between veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/ alumina. *J Prosthet Dent*. 2010; 103(5): 267-74.
8. Akyıl MS, Yılmaz A, Bayındır F, Duymus ZY. Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Photomed Laser Surg*. 2011; 29(3): 197-203.
9. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg*. 2009; 27(2): 280-7.
10. Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent*. 2000; 13(2): 60-76.

11. Ozcan M, Pfeiffer P, Nergiz I. A brief history and current status of metal-and-ceramic surface-conditioning concepts for resin bonding in dentistry. *Quintessence Int.* 1998; 29(11): 713–24.
12. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TPZ zirconia ceramic. *Dent Mater.* 1999; 15(6): 426-33.
13. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000; 53(3): 304-13.
14. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006; 34(3): 195–206.
15. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater.* 2006; 22(3): 283–90.
16. da Silveira BL, Paglia A, Burnett LH, Shinkai RS, Eduardo CP, Spohr AM. Microtensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd:YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. *Photomed Laser Surg.* 2005; 23(6): 543–8.
17. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003; 19(7): 662-9.
18. Moon J, Kim S, Lee J, Ha S, Choi Y. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mat.* 2011; 27(7): 651-63.
19. Donovan TE. Factors essential for successful all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008; 139(Suppl): 14S-8S.
20. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater.* 2008; 24(5): 633-8.

Tabela 1- Material utilizado na pesquisa.

Descrição	Material	Composição* (massa %)	Lote	Fabricante
Infraestrutura	Zircônia LAVA	ZrO ₂ (HfO ₂) = 95 (<3 HfO ₂); Y ₂ O ₃ =5; Al ₂ O ₃ +outros óxidos <1 (+SiO ₂)	1119900636	LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha

Tabela 2- Divisão dos grupos a serem analisados neste trabalho.

Grupo	Código
Controle	C
Jateamento Antes Sinterização	JAS
Jateamento Pós Sinterização	JPS
Jateamento Antes e Após Sinterização	JAAS
Rocatec Antes Sinterização	RAS
Rocatec Pós Sinterização	RPS
Rocatec Antes e Após Sinterização	RAAS

Figura 1 – Corpo-de-prova sendo submetido a ensaio de flexão a quatro pontos.



Tabela 3- Média(MPa), Desvio-Padrão e p valor para a resistência à flexão dos grupos avaliados.

Grupo	Média	DP		p valor
C	715,53	171,85	A	<0.0001
JAS	527,00	104,23	C	
JPS	753,94	152,22	A	
JAAS	587,59	130,11	BC	
RAS	576,09	82,18	C	
RPS	791,33	201,25	A	
RAAS	693,92	169,85	AB	

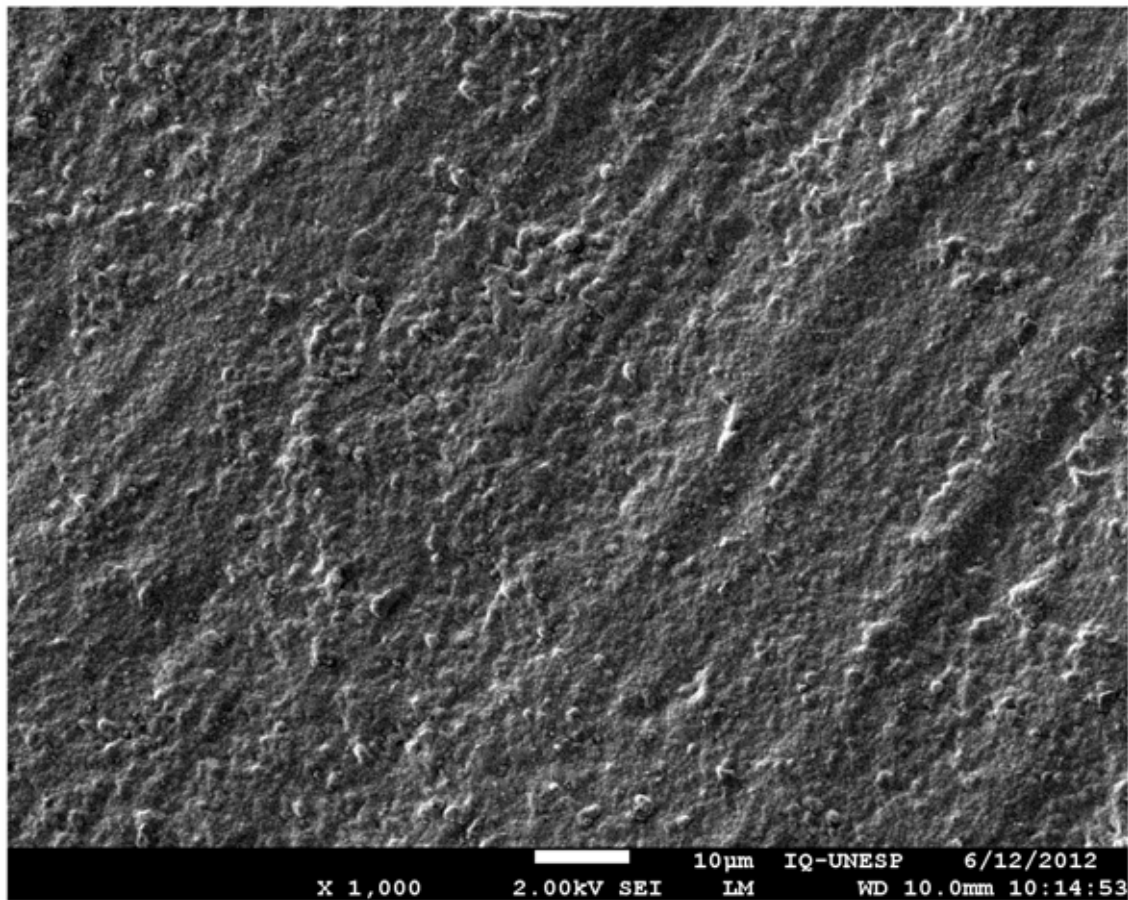
* Letras diferentes denota diferença estatística significativa ($p < 0.001$)
 Teste de Levene $p = 0,05$

Tabela 4- Resultado da análise de Weibull para os dados de flexão segundo o tratamento superficial.

Grupo	m	σ_0
C	6,64	790,00
JAS	5,35	645,94
JPS	7,24	792,69
JAAS	4,95	572,22
RAS	4,61	612,69
RPS	7,61	824,47
RAAS	5,29	659,96

m = módulo de Weibull; σ_0 = resistência característica

Figura 2 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo C com 1000x de aumento; b) EDS grupo C confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 401

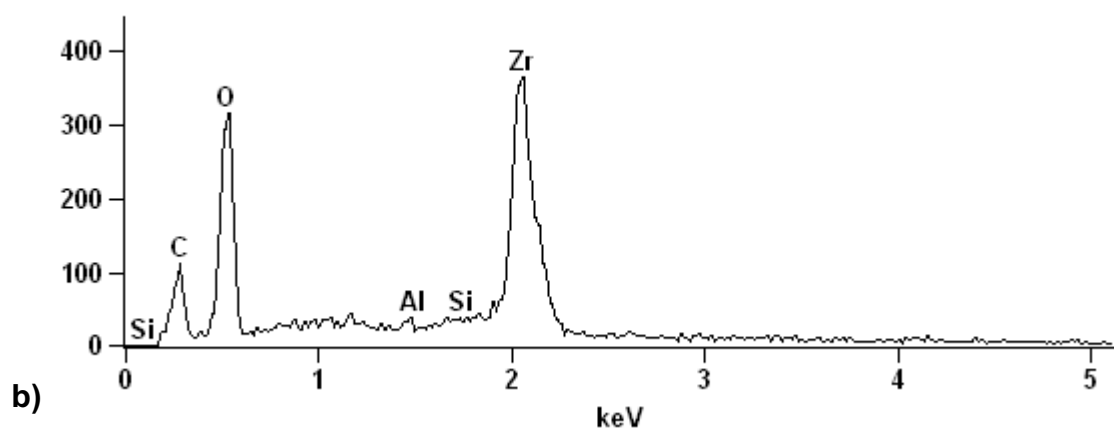
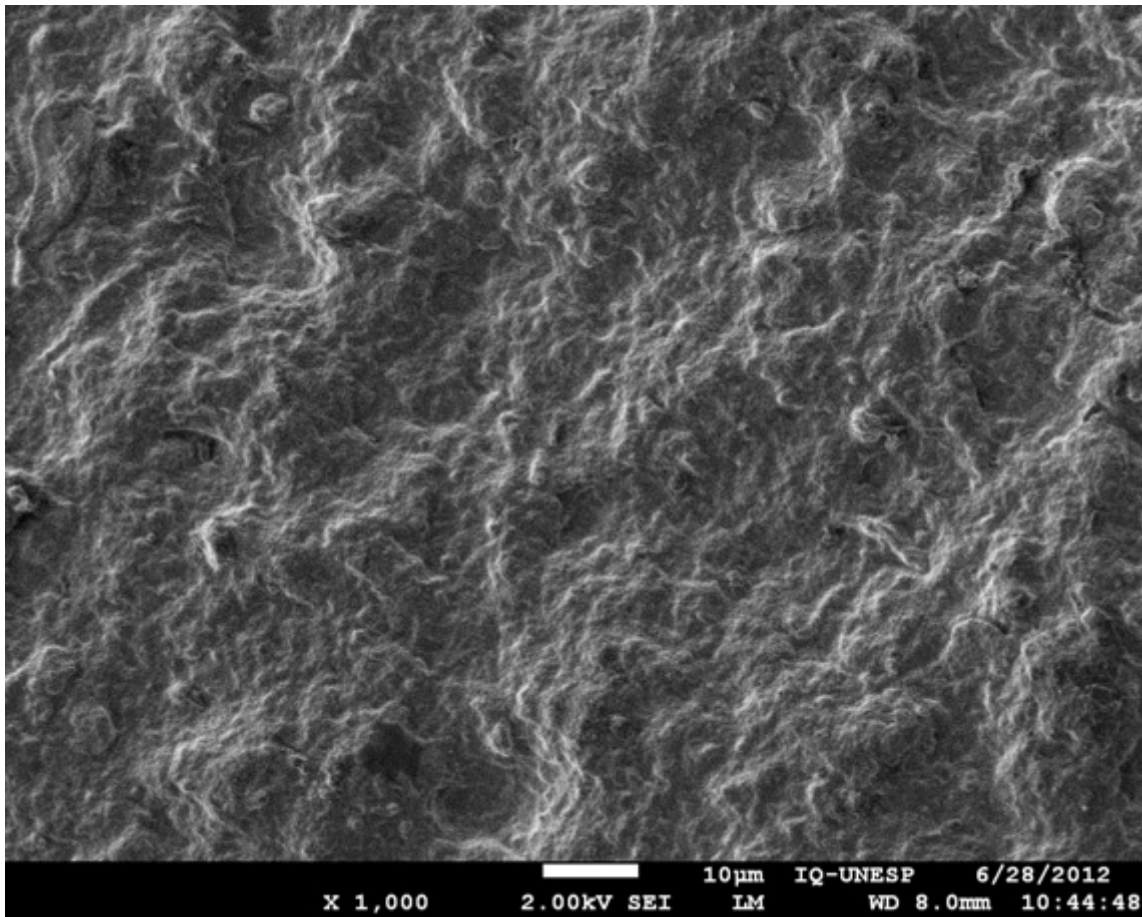


Figura 3 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo JAS com 1000x de aumento; b) EDS grupo JAS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 325

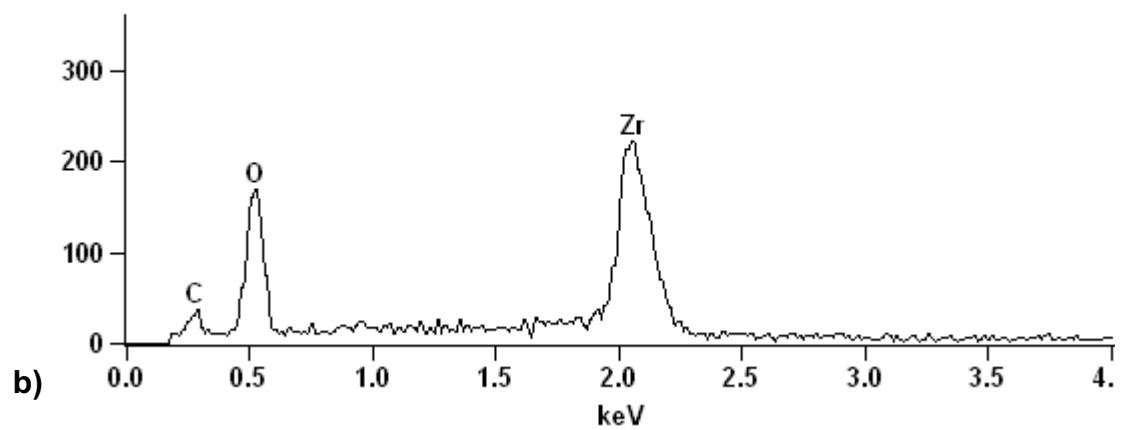
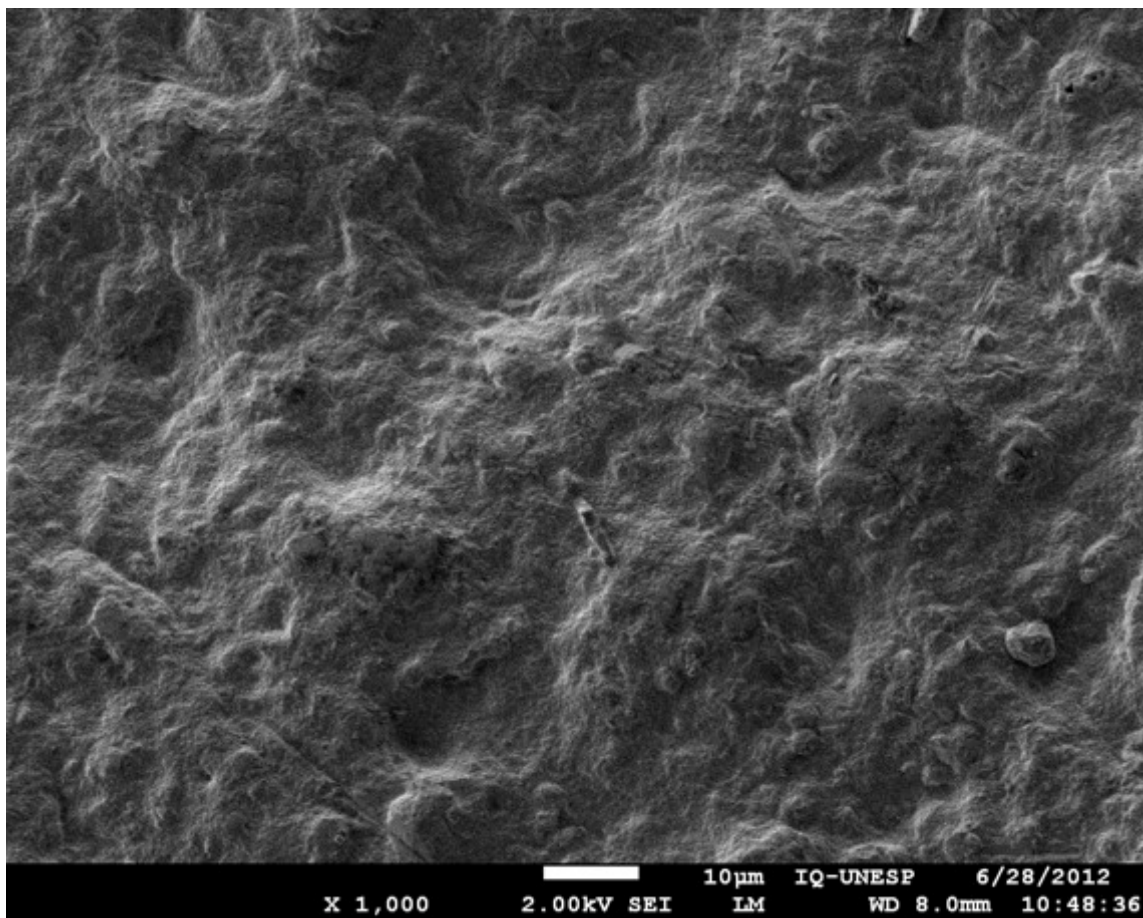


Figura 4 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo JAAS com 1000x de aumento; b) EDS grupo JAAS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, Al, O e C.



Full scale counts: 325

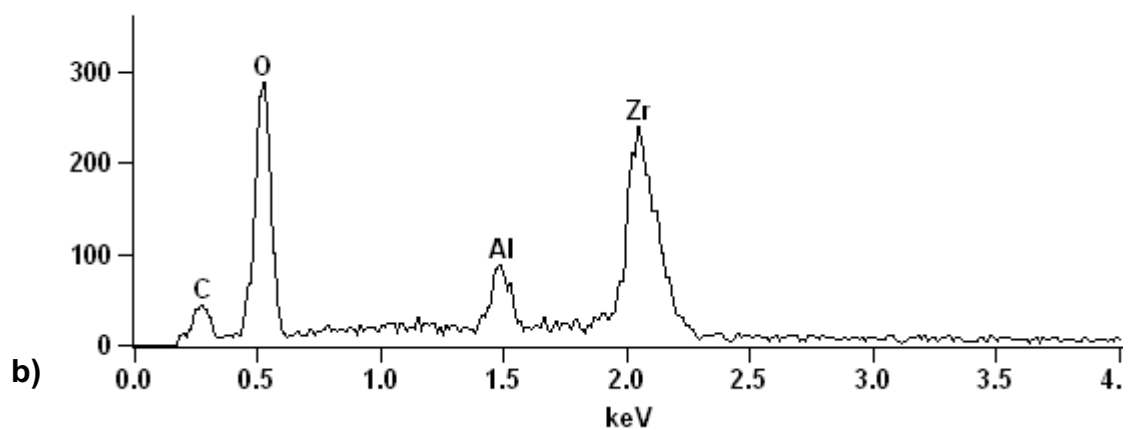
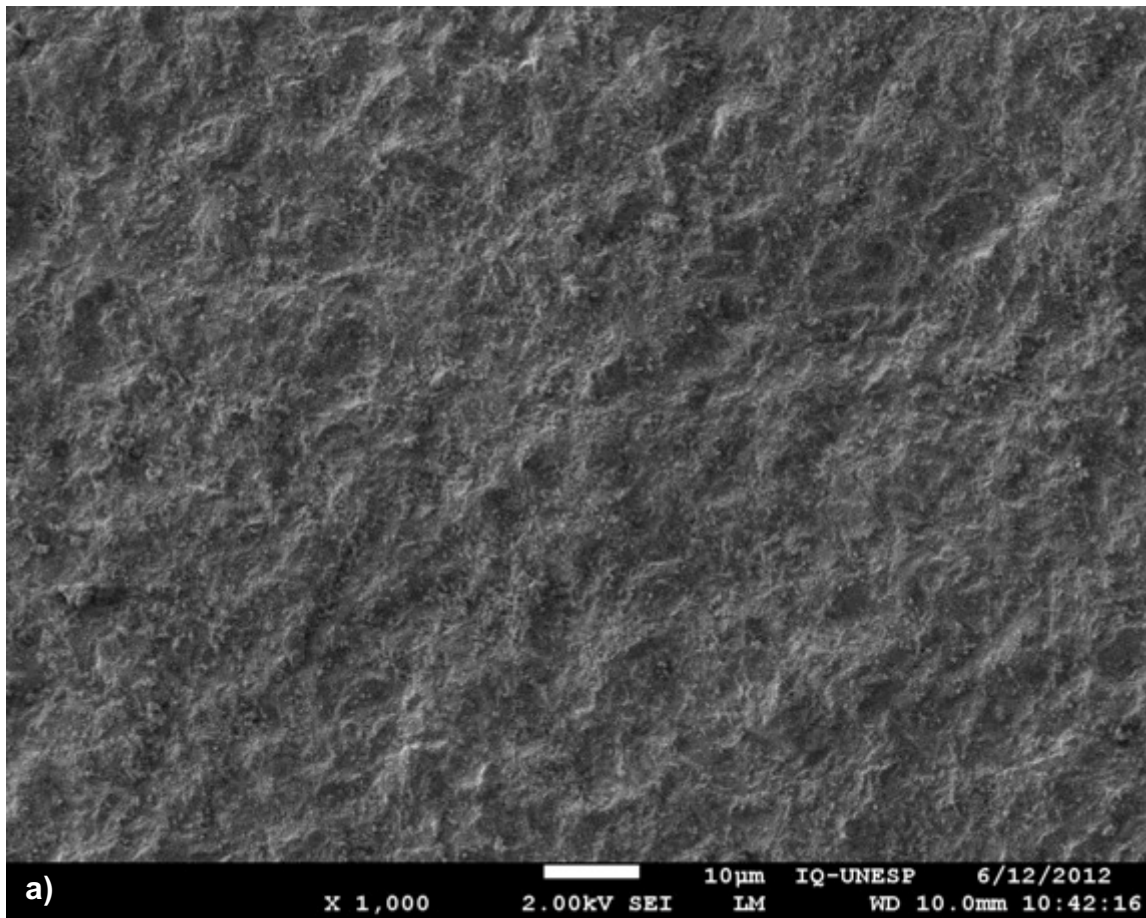


Figura 5 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo JPS com 1000x de aumento; b) EDS grupo JPS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, Al, O e C.



Full scale counts: 401

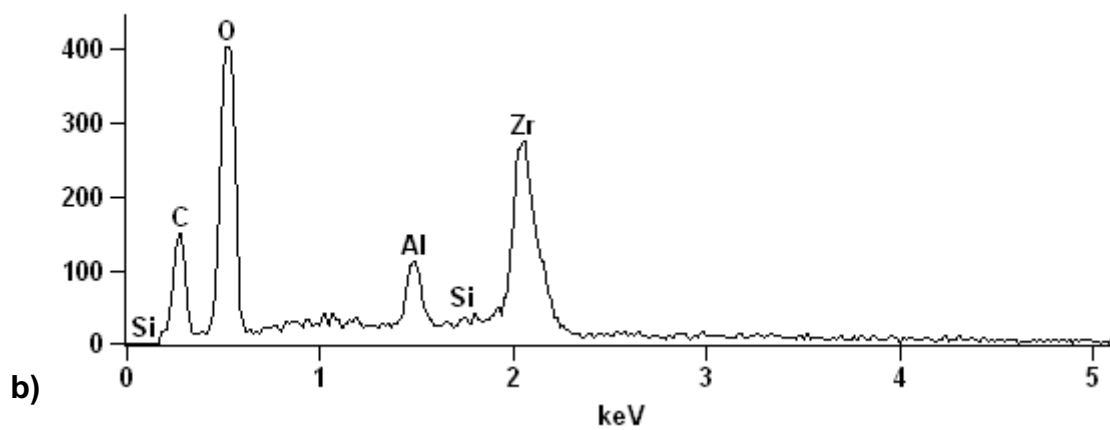
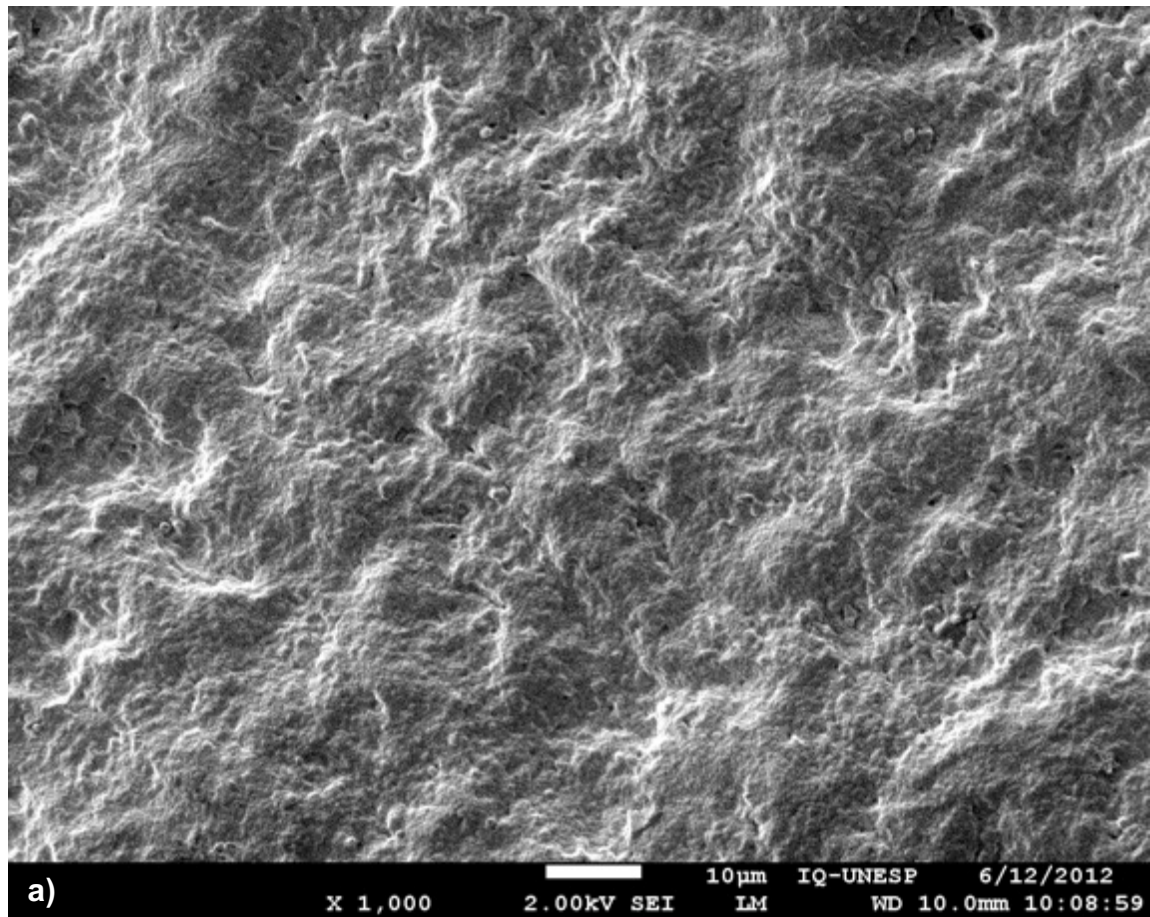


Figura 6 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo RAS com 1000x de aumento; b) EDS grupo RAS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 401

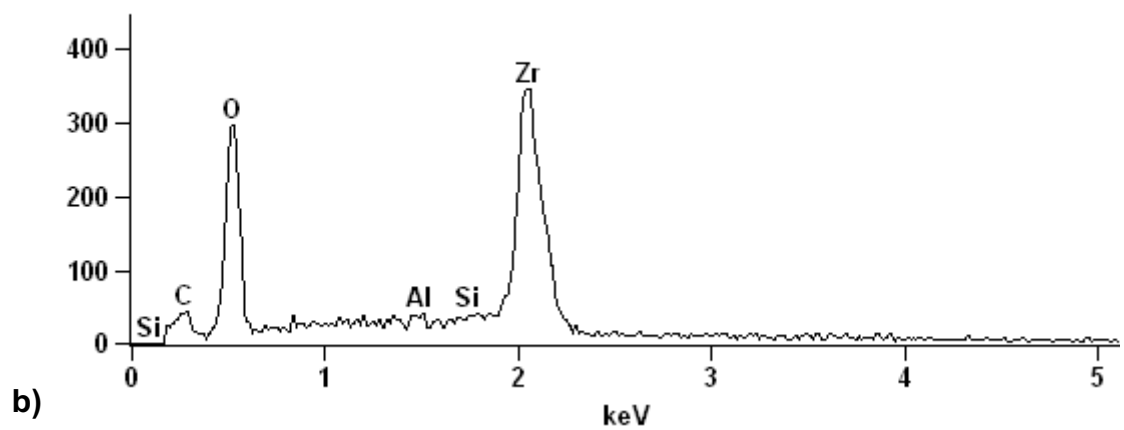
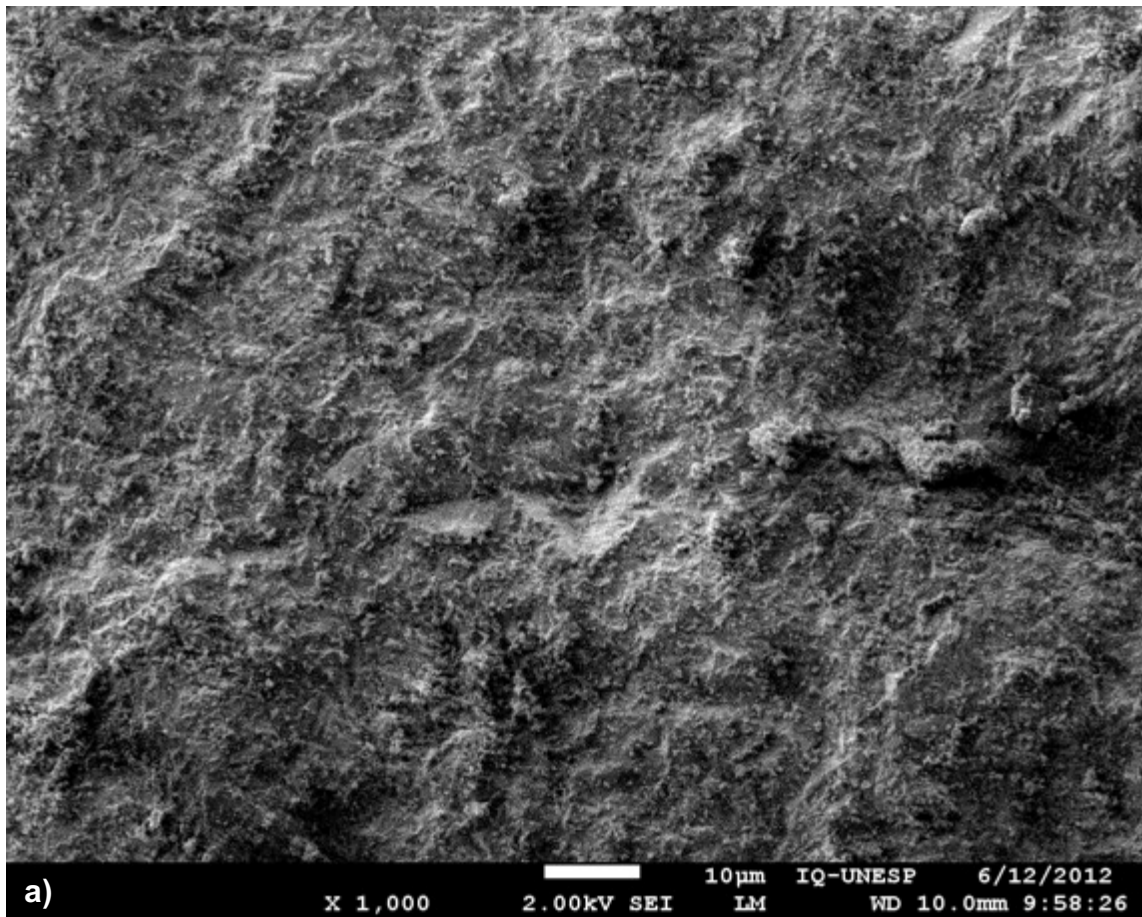


Figura 7 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo RAAS com 1000x de aumento; b) EDS grupo RAAS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, Al, Si, O e C.



Full scale counts: 401

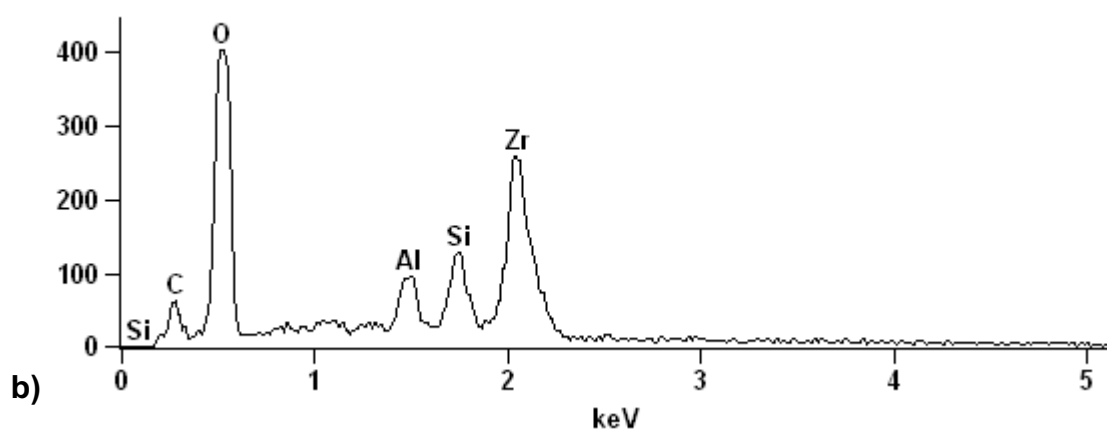
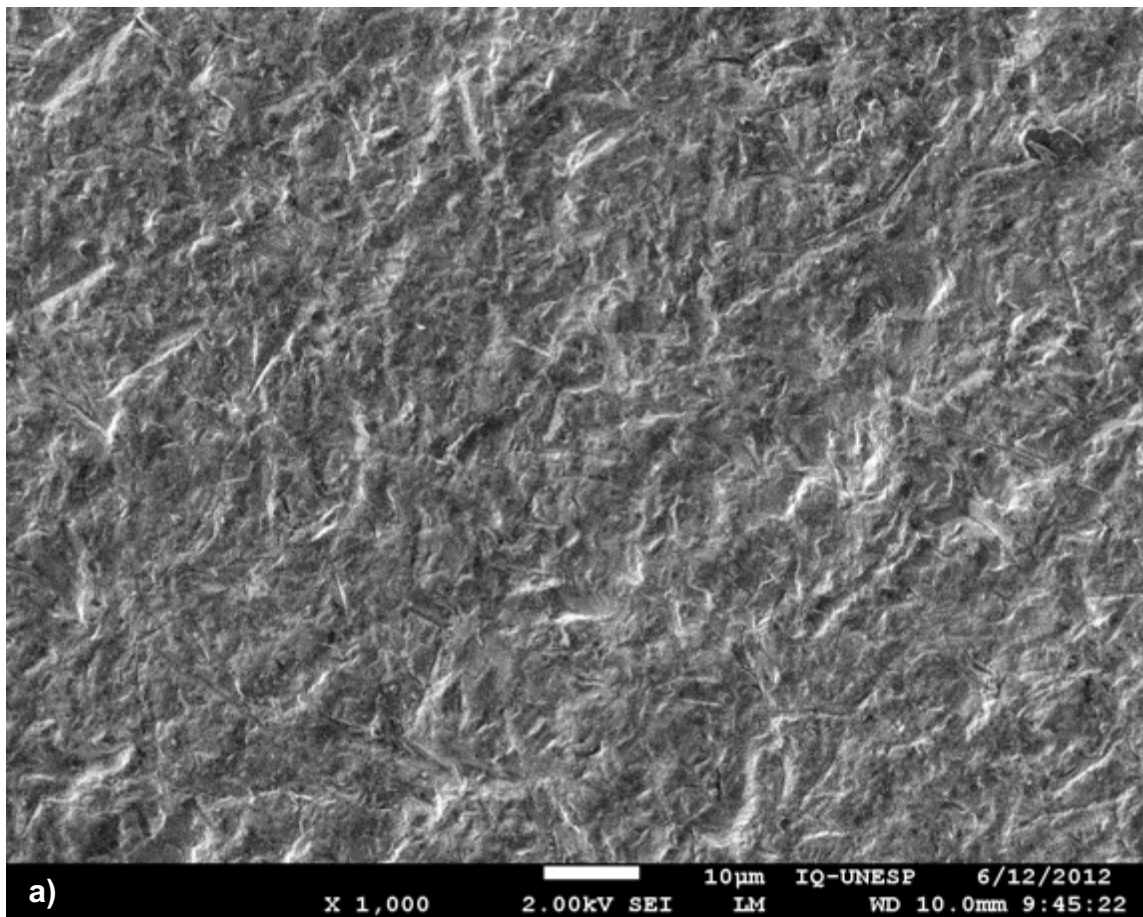


Figura 8 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo RPS com 1000x de aumento; b) EDS grupo RPS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, Al, Si, O e C.



Full scale counts: 401

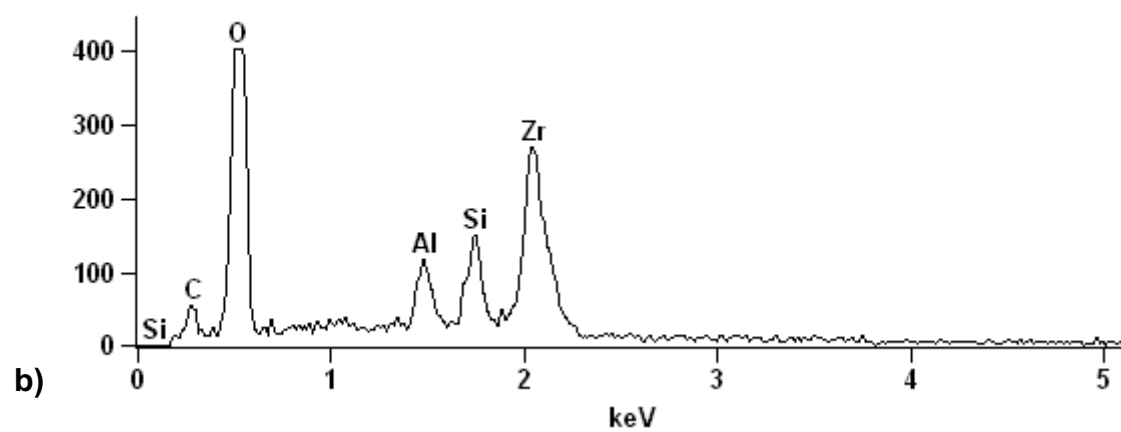
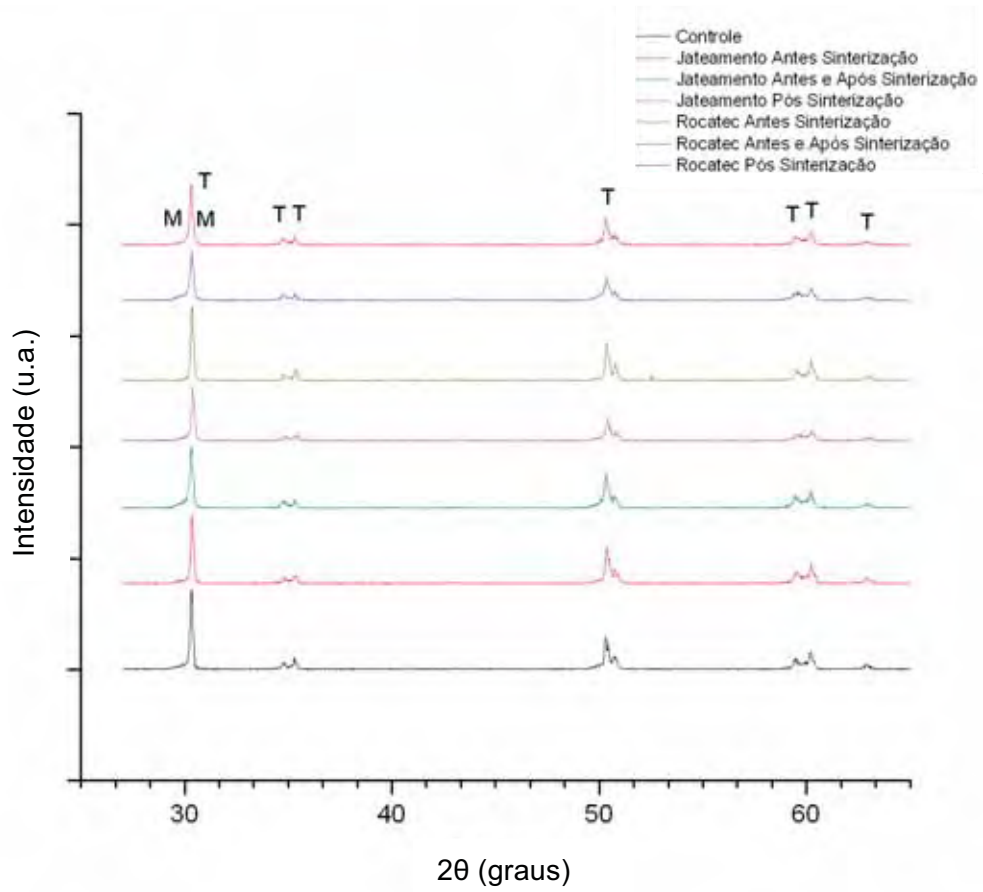


Figura 9 - Gráfico obtido após Difração de Raios-X realizada nos diferentes grupos.





CAPÍTULO 3

Efeito do laser nas características da zircônia e na sua resistência de união com a porcelana de cobertura

MR Galvão, SGFR Caldas,
BRG Ribeiro, AA Almeida Júnior, GL Adabo, OB Oliveira Jr, MF
Andrade

Marília Regalado Galvão, Doutoranda, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Sergei Godeiro Fernandes Rabelo Caldas, Doutorando, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro, Mestranda, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Antônio Alves de Almeida Júnior, Doutorando, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Gelson Luis Adabo, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Osmir Batista de Oliveira Júnior, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

Marcelo Ferrarezi de Andrade, Professor, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Araraquara, SP, Brasil

*Autor Correspondente: Marcelo Ferrarezi de Andrade, Universidade Estadual Paulista – UNESP, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Departamento de Odontologia Restauradora, Araraquara, SP, Brasil. Rua Humaitá, 1680, Araraquara, SP, Brasil. CEP: 14.801-903. Telefone: +55 (016) 3301-6393 Fax: +55 (016) 3301-6393.

e-mail: marceloferrarezi@foar.unesp.br

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união entre a zircônia e a porcelana de cobertura após a utilização do laser e compará-los aos diferentes tipos de tratamento de superfície, antes, antes e após, e após a sinterização da zircônia. Um total de 60 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia (LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha) foram obtidos e padronizados com 7mm de comprimento, 7mm de largura e 1,7mm de espessura. Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 6 grupos experimentais (C, LAS, LAAS, LPS, JPS, e RPS) contendo 10 cada um. Os diferentes tratamentos de superfície foram o laser, antes, antes e após e após a sinterização dependendo do grupo a ser avaliado, como também o jateamento com partículas de óxido e alumínio e deposição triboquímica de sílica após a sinterização. Posteriormente foi feita a aplicação da porcelana, e para realizar e medir a resistência de união ao cisalhamento, utilizou-se o teste resistência de união na máquina universal

de ensaios EMIC DL-2000 com célula de carga de 500N e a uma velocidade do atuador de 0,5 mm/min. A superfície de fratura dos corpos-de-prova foi analisada de forma qualitativa, com o auxílio de um estereomicroscópio M80 e o modo de fratura foi determinado para cada grupo, como falha adesiva, coesiva ou mista. E a topografia da superfície foram analisados por meio da microscopia eletrônica de varredura. Os dados de resistência a união foram estatisticamente analisados por meio de ANOVA a um fator com pós teste de Tamhane. A ANOVA não mostrou diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos com laser antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização ($p>0,001$). Uma diferença significativa foi observada entre o grupo LAAS e os grupos controle, JPS e RPS ($p<0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS e RPS. Pode-se concluir que o uso do laser de Er: YAG pode representar um método eficaz para o tratamento de superfície da zircônia, aumentando a retenção micromecânica e melhorando a resistência de união da porcelana de cobertura a zircônia.

INTRODUÇÃO

As restaurações metalocerâmicas são a base da prótese parcial fixa. A associação de uma infraestrutura bastante resistente como o metal às porcelanas feldspáticas tem sido bem sucedida por muitas décadas, e ainda representam o padrão-ouro. No entanto, a necessidade por uma estética superior e biocompatibilidade levou ao desenvolvimento de alternativas para restaurações dentárias metalocerâmicas¹⁻³.

A introdução das cerâmicas densas a base de dióxido de zircônio (ZrO_2) estabilizadas com ítrio (3Y-TZP) como material para infraestrutura em substituição ao metal abriu os limites de concepção de restaurações cerâmicas para reconstruções extensas com altas taxas de sucesso e confiança. A estabilidade química, as propriedades mecânicas superiores, e a estética, combinado com tecnologia CAD/CAM, de acordo com alguns autores fazem da zircônia o material de escolha para infraestruturas⁴⁻⁵.

Para se obter as vantagens de resistência do material da infraestrutura, a união entre este e a porcelana de cobertura deve ser suficiente para transmitir os esforços mastigatórios para a estrutura subjacente, evitando dessa maneira o lascamento ou a delaminação^{4,6}. A delaminação com a exposição das infraestruturas cerâmicas foi descrito como um dos motivos mais frequentes de falhas de próteses parciais fixas de zircônia^{1,7-8}.

Na tentativa de aumentar a união entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura, alguns fabricantes de Y-TZP sugerem como tratamento de superfície a utilização do jateamento com partículas de óxido de alumínio ou mesmo a deposição triboquímica de sílica, no entanto o efeito desses tratamentos de superfície sobre as propriedades mecânicas de materiais á base de Y-TZP é controversa, pois tantos resultados positivos como negativos já foram descritos na literatura⁹.

Alguns estudos têm sugerido o uso do laser Érbio:ítrio-alumínio-granada (Er: YAG) para diferentes aplicações da clínica odontológica, incluindo remoção da dentina cariada, preparo da cavidade, e como método de tratamento de superfície para restaurações indiretas¹⁰⁻¹⁵. Nos substratos dentários, o laser de Er: YAG produz microcrateras durante a ablação de tecido duro, resultando em

irregularidades macroscópicas e microscópicas que podem constituir uma superfície de maior adesão¹⁰. Embora existam muitas informações sobre os efeitos do laser de Er: YAG na irradiação de dentina e esmalte, sua capacidade em aumentar a rugosidade de cerâmica Y-TZP, ou como tratamento de superfície da zircônia ainda não foram investigados⁹.

Como até o momento, ainda não se tem um protocolo estabelecido com qual tipo e momento seria o ideal o tratamento de superfície da zircônia, o objetivo deste estudo é avaliar a resistência de união da zircônia com a porcelana de cobertura após o uso do laser, antes, antes e após e após a sinterização da zircônia, e compará-los com os métodos tradicionais, bem como avaliar a topografia de superfície por meio de MEV.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os grupos que foram abordados para este estudo estão descritos na Tabela 1.

Os blocos pré-sinterizados de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (LAVA, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha, nº1119900636) foram inicialmente cortados por uma cortadora de precisão Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) cerca de 23% maior que o tamanho final necessário, devido à contração de sinterização. Para os grupos que se utilizou a infraestrutura de zircônia sinterizada, os blocos pré-sinterizados foram levados a um forno específico para o sistema LAVA, onde seguiu um ciclo de sinterização de acordo com as recomendações dos fabricantes.

Um total de 60 corpos-de-prova de infraestrutura de zircônia foram obtidos e padronizados com 7mm de comprimento, 7mm de largura e 1,7 mm de espessura. Consecutivamente, foram regularizados com o auxílio de uma lixa de carbetto de sílcio de granulação 600 e 1200.

Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 6 grupos experimentais contendo 10 cada um ($n = 10$). Diferentes tratamentos de superfície foram aplicadas à superfície de topo dos corpos-de-prova em cada grupo. No grupo C, nenhum tratamento de superfície foi feito na infraestrutura de zircônia, seja antes ou após a sinterização, e foi usado como controle. Nos grupos LAS e LAAS foi utilizado o laser de Er:YAG (Twin Light, Fotona Medical Lasers, Eslovênia) energia fornecida por pulso de 200mJ, frequência de 10Hz e tempo de 10 segundos. Para os grupos LPS e LAAS foram utilizados os mesmos parâmetros, no entanto o tempo foi aumentado para 15 segundos. E para os grupos JPS e RPS foram utilizados partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) com 50 μm e 30 μm recobertas com sílica, respectivamente, por meio do jateador (Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha) durante 15 segundos, a uma distância de 10 mm e pressão de 2,5 bar.

Após o tratamento de superfície, os corpos-de-prova foram limpos em banhos de ultrassom contendo água destilada, durante 05 minutos cada, e depois secos por 01 minuto¹⁶.

Os corpos-de-prova, de acordo com o grupo experimental, após o tratamento de superfície foram sinterizados de acordo com as recomendações dos fabricantes.

Para padronizar a aplicação da porcelana de cobertura sobre as infraestruturas foi utilizada uma matriz metálica em alumínio. Cerca de 0,350 g do pó da cerâmica Vita VM9 na cor A2 (VITA VM9 BASE DENTINE, lote nº12570) foi misturado com 0,140 g do líquido de modelar Vita (Modelling liquid VITAVM7, VITAVM9 e VITAVM13, lote nº11500) pesados em balança de precisão com sensibilidade de 0,001g (Sartorius AG, Goettingen, Alemanha). Pequenas porções desta massa foram aplicadas e condensadas com uma espátula metálica para cerâmica sobre uma placa de vidro até completar o molde. Após a remoção do excesso do líquido com papel absorvente e do alisamento da superfície com espátula, cada espécime foi retirado da matriz e levado em uma manta de revestimento rígida (EDG, São Carlos, São Paulo, Brasil) para a sinterização no forno Aluminipress (EDG, São Carlos, São Paulo, Brasil) de acordo com o ciclo de aquecimento proposto pelo fabricante da porcelana de cobertura (Tabela 2). Após a queima, a dimensão final do cilindro de porcelana de cobertura foi de 2,4 mm de diâmetro e 3 mm de altura.

Concluída a sinterização de todas peças cerâmicas, cada amostra foi incluída em resina acrílica autopolimerizável Jet (Clássico, São Paulo, SP, Brasil), com auxílio de um tubo de PVC de 20mm de diâmetro (Tigre, Brasil), deixando-se exposta somente a porcelana de cobertura e a superfície externa da infraestrutura.

Para medir a resistência de união, foi utilizado o teste de resistência de união ao cisalhamento com o qual se aplicou uma carga no limite de união entre a infraestrutura e a porcelana de cobertura. Foi utilizado um dispositivo de cisalhamento na máquina universal de ensaios EMIC DL-2000 (EMIC, São

José dos Pinhais, PR, Brasil) com célula de carga de 500N, a velocidade de atuação de 0,5 mm/min. (Figura 1)

Os valores de resistência de união foram calculados de acordo com a seguinte equação: Resistência de União (MPa) = Carga (N)/área (mm²).

As amostras que apresentaram um padrão típico entre os grupos foram selecionadas para observação da superfície fraturada. A avaliação, utilizando microscopia óptica por meio do estereomicroscópio M80 (Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Suíça), foi feita com o objetivo de verificar a presença de elementos que possam caracterizar e ilustrar a fratura de forma qualitativa. O modo de fratura foi determinado para cada grupo, como falha adesiva, coesiva ou mista.

Dois corpos-de-prova, representativos de cada grupo experimental, foram preparados para análise microscópica de sua topografia de superfície após os diferentes tipos de tratamentos de superfície, de acordo com o grupo experimental. A avaliação foi feita utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol JSM-7500F Field, Japão). Para a leitura no microscópio, os corpos-de-prova foram recobertos com uma fina camada de carbono para melhor visualização da superfície. As imagens de cada superfície foram registradas em 300X e 1000 X ampliações. O microscópio foi utilizado a uma tensão de aceleração de 15 kV com uma distância de trabalho entre 15 e 27 mm.

A análise dos elementos químicos presentes nas amostras cerâmicas foi feita pela técnica do EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva ou Energy Dispersive Spectrometry – EDS). Esta é baseada na análise das energias

características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS foi acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para análises. O EDS foi utilizado com 133 eV de resolução. As leituras de cada amostra foram realizadas com distância de trabalho de 15 mm e 20kV de voltagem de aceleração. A intensidade lida de radiação X para cada área foi em média de 4000 pulsos/s, durante tempo de leitura de 40s. Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção dos espectros de concentração de cada elemento químico presentes nas amostras.

A resistência de união foi analisada por meio da Análise de Variância (ANOVA) com pós-teste de Tamhane com nível de significância de $\alpha = 0,05$. Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando o software SPSS versão 20,0 para Mac (SPSS Inc, Chicago, IL).

RESULTADOS

A tabela 3 mostra os valores de resistência de união dos grupos avaliados. O teste estatístico ANOVA a um fator não mostrou diferença estatística significativa entre os grupos com tratamentos de superfície feitos com laser antes e antes e após a sinterização com os grupos em que foram feitos apenas após a sinterização ($p > 0,001$). Uma diferença significativa foi observada entre o grupo LAAS e os grupos controle, JPS e RPS ($p < 0,001$), e não foi observada diferença estatística entre o grupo C e os grupos JPS e RPS.

Então como pode-se analisar, não houve diferença estatística com relação ao momento em que foi realizado o tratamento de superfície com laser, no entanto, o tipo de tratamento influenciou na resistência de união entre a infraestrutura em zircônia com a porcelana de cobertura. Em valores absolutos, o grupo tratado com laser antes e após a sinterização foi o que obteve maiores resultados de resistência de união ($33,61 \pm 3,36$), seguido do grupo do LPS, enquanto que o grupo tratado com Rocatec após a sinterização obteve a menor média ($23,17 \pm 6,04$), inclusive menor que a do grupo controle, como pode ser observado na Tabela 3.

As superfícies fraturadas foram visualmente analisadas com um microscópio para determinar os modos de falha, que foram classificados da seguinte forma: fratura coesiva (dentro da camada da porcelana), fratura adesiva (entre a zircônia e a porcelana) e mista (combinação da coesiva e adesiva). Em alguns corpos-de-prova, a fratura começou na interface zircônia/porcelana de cobertura e prosseguiu na porcelana, no entanto na maioria dos grupos o modo de fratura predominante foi adesiva (Fig. 2). A presença da porcelana de cobertura sobre a zircônia foi visível em alguns corpos-de-prova.

As imagens em MEV e as respectivas análises EDS revelaram morfologias diferentes das superfícies e estão representadas nas figuras 3, 4, 5, 6, 7 e 8. Pode-se observar que a topografia de todos os grupos foi diferente entre si. Nos corpos-de-prova submetidos ao laser, principalmente quando o tratamento foi feito antes ou antes e após a sinterização, houve uma evidente

visualização de alterações superficiais na Y-TZP quando comparadas à superfície do grupo controle, como também a dos grupos JPS e RPS.

Na superfície do grupo controle (Fig. 3a) foi observada ranhuras suavemente visíveis devido ao processo de corte e polimento. O laser levou a uma superfície claramente mais áspera, principalmente quando foi feito antes e antes e após a sinterização (Fig. 4a e 5a). Após a deposição triboquímica de sílica, nódulos foram observados na superfície (Fig. 8a).

Os componentes químicos encontrados no EDS confirmaram a presença dos seguintes elementos químicos: Al, Si, Zr e O, com diferentes percentuais.

DISCUSSÃO

O objetivo deste estudo *in vitro* foi investigar a influência de diferentes métodos de tratamento de superfície em uma infraestrutura em zircônia sobre a resistência de união com a porcelana de cobertura. De todos os tratamentos de superfície realizados aquele que demonstrou a maior resistência de união foi o realizado com o laser antes e após a sinterização da zircônia.

Vários estudos *in vitro* demonstraram que o jateamento com partículas de Al_2O_3 e a deposição triboquímica de sílica são passos essenciais na obtenção de uma união durável entre a infraestrutura em zircônia e a porcelana de cobertura. Os diferentes tamanhos de partículas de Al_2O_3 , entre $30\mu\text{m}$ e $110\mu\text{m}$, são geralmente utilizados.¹⁷ Tal como esperado, no presente estudo, a aplicação do jateamento na superfície da zircônia resultou em um aumento nos

valores de resistência de união, no entanto, não houve diferença significativa entre os grupos C e JPS e RPS.

O uso do laser de ER:YAG pareceu ser adequado para alcançar uma forte união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura em zircônia, uma vez que as superfícies tratadas com o laser, independente do momento, atingiu um valor de resistência de união maior do que a dos grupos C, JPS e RPS.

De acordo com Ersu et al.¹⁸, durante o aquecimento da superfície da infraestrutura em zircônia causada pela absorção da radiação laser, ocorre uma emissão superficial de íons, elétrons e átomos. Devido à característica de fotoionização causada pelo radiação, um plasma físico surge e sua formação é acompanhada pelo desenvolvimento de uma pressão extremamente alta e flutuações na temperatura na faixa de 10,000-50,000 K. Isto pode causar stress físico extremo na superfície da zircônia, e poderia induzir a uma menor união.^{17,18} No entanto, em nosso estudo, o tratamento de superfície realizado com o laser produziu maior resistência de união quando comparado com outros tratamentos de superfície. Isto pode ser atribuído aos níveis adequados de potência do laser de Er:YAG. Um aumento nos níveis de energia de laser ou o tempo de irradiação pode causar maiores ou menores propriedades adesivas.^{17,18} O valor mais alto de resistência no grupo LAAS pode também ser atribuída à microfissuras criadas pela irradiação laser, o que pode ter causado áreas mais retentivas. Além disso, pode se observar por meio do MEV as irregularidades e grandes zonas de retenção que podem ser as responsáveis pelos altos valores de resistência de união quando as superfícies da infraestrutura foram tratadas com laser antes, antes e após, ou após a sinterização da zircônia (Figuras 4, 5 e 6).

Neste estudo, os parâmetros do laser foram escolhidos com base em um estudo piloto realizado inicialmente, onde se utilizou o laser de Er:YAG com vários parâmetros (potência, frequência e tempo) diferentes para se chegar aquele que obtivesse melhores resultados em qualquer fase de sinterização da zircônia.

Outros pesquisadores relataram que o laser Er: YAG ou Nd: YAG combinados com o jateamento pode melhorar a resistência de união entre a zircônia e a porcelana de cobertura.¹⁹ Ferreira et al,²⁰ sugeriram que a aplicação de radiação laser com o laser Er : YAG com um ajuste de potência de 500 mJ e frequência 4 Hz em uma infraestrutura em zircônia após jateamento com partículas de Al₂O₃ com 50µm pode ser uma técnica alternativa para a união com a porcelana de cobertura. O jateamento ou mesmo a deposição triboquímica de sílica não foi combinado com a radiação laser no presente estudo.

A irradiação das superfícies de zircônia com o laser de Er: YAG foi proposto como um método de tratamento de superfície. De acordo com alguns autores o laser Er: YAG possui a capacidade de remover partículas por microexplosões e por vaporização, um processo chamado de ablação. Durante o tratamento a laser, mudanças de temperatura locais devido as fases de aquecimento e resfriamento pode criar tensões internas que podem danificar o material. As propriedades mecânicas das Y-TZP podem ser negativamente afetadas por mudanças de temperatura, o que pode induzir a transformação de fase.^{9,11} Portanto, no presente estudo, uma configuração de menor energia para o laser Er: YAG foi selecionado de acordo com os resultados de uma

investigação preliminar (200mJ) e as superfícies foram irradiadas com água constante. Os resultados indicaram que a resistência de união da irradiação a laser foi tão eficaz ou melhor em aumentar a resistência união do que o jateamento ou a deposição triboquímica de sílica.

CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo, pode ser concluído que o laser de Er: YAG pode representar um método eficaz para o tratamento de superfície da zircônia, aumentando a retenção micromecânica e melhorando a resistência de união da porcelana de cobertura a zircônia. A irradiação do laser é recomendada como uma técnica alternativa de tratamento de superfície, mas pesquisas adicionais são necessárias para aperfeiçoar a técnica.

Agradecimentos

Este estudo foi suportado pela CAPES Brasil.

REFERÊNCIAS

1. Borges GA, Sophr AM, Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prost Dent.* 2003; 89(5): 479-87.
2. Brecker SC. Porcelain baked to gold—a new medium in prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1956; 6(1): 01-10.
3. Dunworth FD. Porcelain fused to gold. *J Prosthet Dent* 1958; 8(4): 635-9.
4. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont.* 2008; 17(5): 401-8.
5. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater.* 2002; 18(8): 590-5.
6. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2005; 21(10): 984-91.
7. Ozkurt Z, Kazazoglu E, Unal A. *In vitro* evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zircônia. *Dent Mat J.* 2010; 29(2): 138-46.
8. Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Schärer P. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int.* 2006; 37(9): 685-93.
9. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond Strength of Resin Cements to a Zirconia Ceramic with Different Surface Treatments. *Oper Dent.* 2009; 34(3): 280-7.
10. Aranha AC, Turbino ML, Powell GL. Assessing microleakage of class V resin composite restorations after Er:YAG laser and bur preparation. *Laser Surg Med* 2005; 37(2): 172-7.
11. Gokce B, Ozpinar B, Dundar M. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching. *Oper Dent.* 2007; 32(2): 173-8.
12. Burnett LH, Jr., Shinkai RS, Eduardo CP. Tensile bond strength of a one-bottle adhesive system to indirect composites treated with Er:YAG laser, air abrasion, or fluoric acid. *Photomed Laser Surg.* 2004; 22(4): 351-6.

13. Bader C, Krejci I. Indications and limitations of Er:YAG laser applications in dentistry. *Amer J Dent.* 2006; 19(2): 178-86.
14. Van As G. Erbium lasers in dentistry. *Dent Clin North Am.* 2004; 48(4): 1017-59.
15. Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, Watson TF. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prost.* 2011; 20(2): 84–92.
16. Moon J, Kim S, Lee J, Ha S, Choi Y. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mat.* 2011; 27(7): 651-63.
17. Ural Ç, Kulunk T, Kulunk S, Kurt M. The Effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and porcelain. *Acta Odontol Scandin.* 2010; 68(3): 354–9.
18. Ersu B, Yuzugullu B, Ruya Yazici A, Canay S. Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina- ceramics prepared using various surface treatments. *J Dent.* 2009; 37(11): 848–56.
19. Akyıl MS, Yılmaz A, Bayındır F, Duymus ZY. Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Photomed Laser Surg.* 2011; 29(3): 197-203.
20. Ferreira SD, Hanashiro FS, de Souza-Zaroni WC, Turbino ML, Youssef MN. Influence of aluminum oxide sandblasting associated with Nd:YAG or Er:YAG lasers on shear bond strength of a feldspathic ceramic to porcelain. *Photomed Laser Surg.* 2010; 28(4): 471–5.

Tabela 1- Divisão dos grupos a serem analisados neste trabalho.

Grupo	Código
Controle	C
Laser Antes Sinterização	LAS
Laser Pós Sinterização	LPS
Laser Antes e Após Sinterização	LAAS
Jateamento Pós Sinterização	JPS
Rocatec Pós Sinterização	RPS

Tabela 2- Ciclo de sinterização da cerâmica feldspática VITA VM9 proposto pelo fabricante.

Programa	Inicial	Aquecimento/Sinterização	Resfriamento
Temperatura	500 °C	910 °C	Temp. Ambiente
Velocidade	-	55 °C/min	*
Patamar	6 min	1 min	-
Atmosfera	Ar	Vácuo	Ar

* O fabricante da cerâmica VITA VM9 não determina uma taxa de resfriamento precisa, apenas relatando a abertura do forno em 75% VACUMAT (VITA).

Figura 1 - Corpo-de-prova sendo submetido a ensaio de resistência de união.



Tabela 3- Média(MPa), Desvio-Padrão e p valor para a resistência de união dos grupos avaliados.

Grupo	Média	DP		p valor
C	23,64	5,54	C	<0.0001
LAS	29,27	5,55	ABC	
LPS	31,76	4,26	AB	
LAAS	33,61	2,36	A	
JPS	27,26	3,85	BC	
RPS	23,17	6,04	C	

Teste de Levene $p=0,025$

Figura 2 - A fratura foi predominante adesiva nos corpos-de-prova submetidos aos diferentes tipos de tratamento de superfície em etapas diferentes de sinterização da zircônia. Controle (A); LAS (B); LAAS (C); LPS (D); JPS (E); RPS (F).

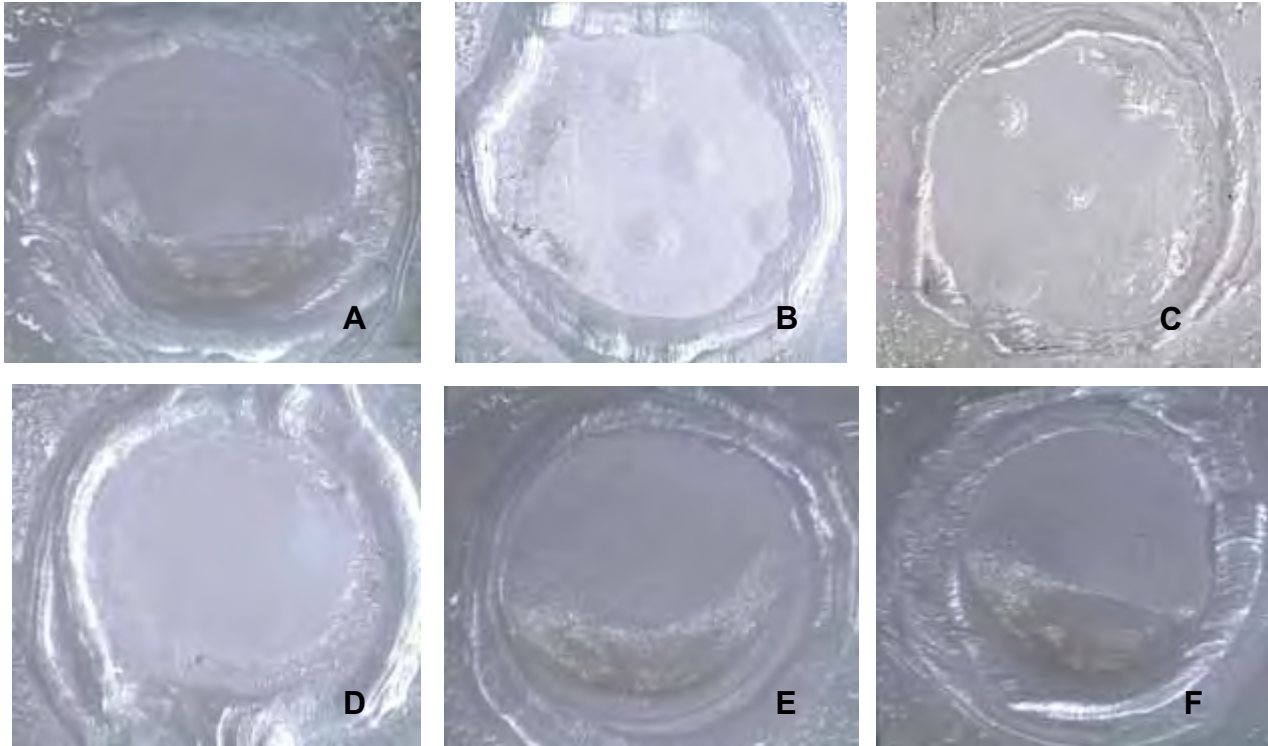
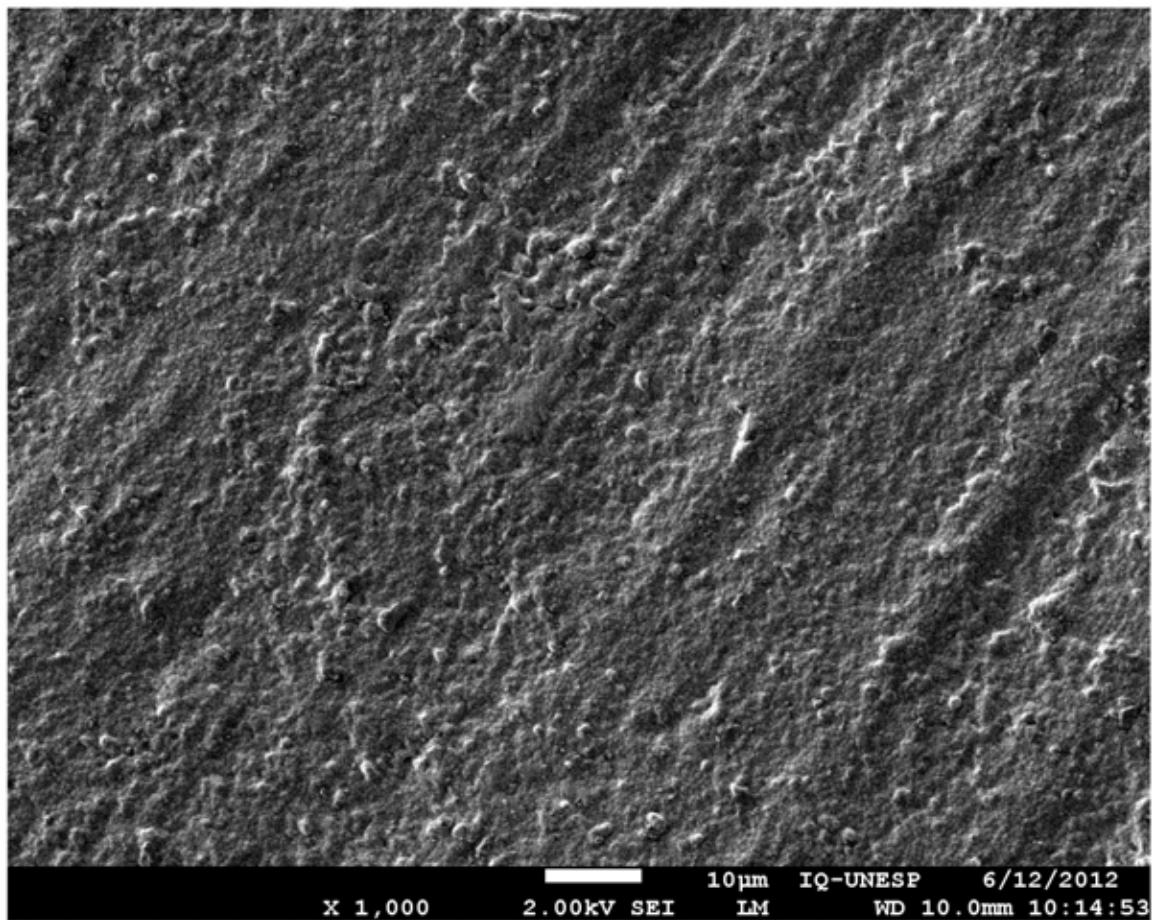


Figura 3 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo C com 1000x de aumento; b) EDS grupo C confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 401

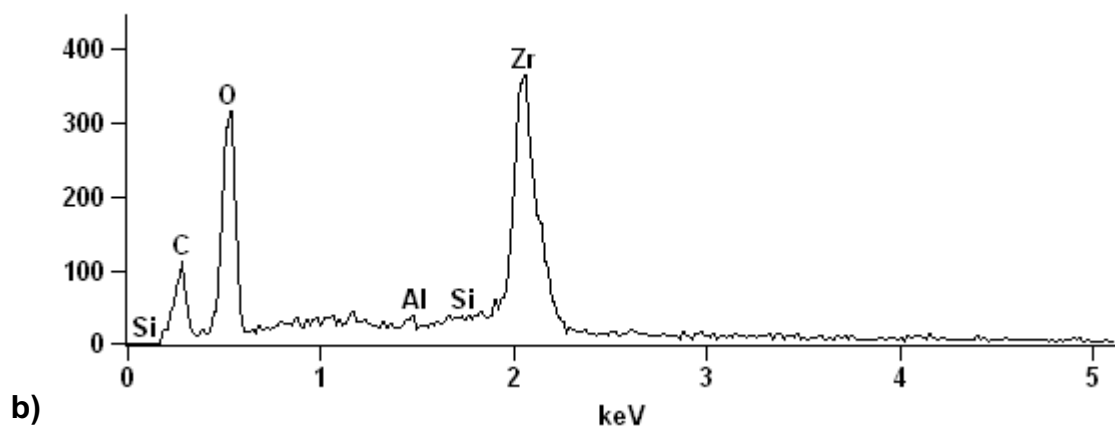
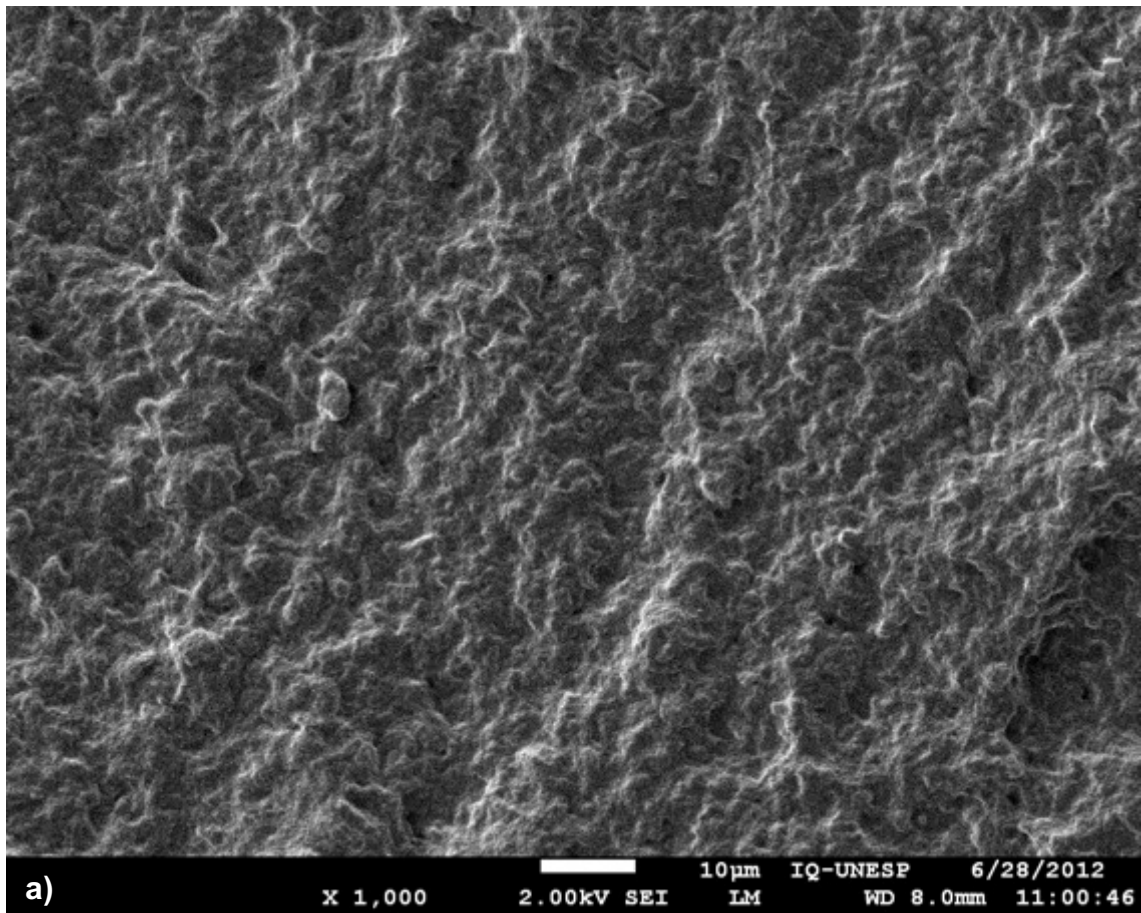


Figura 4 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo LAS com 1000x de aumento; b) EDS grupo LAS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 325

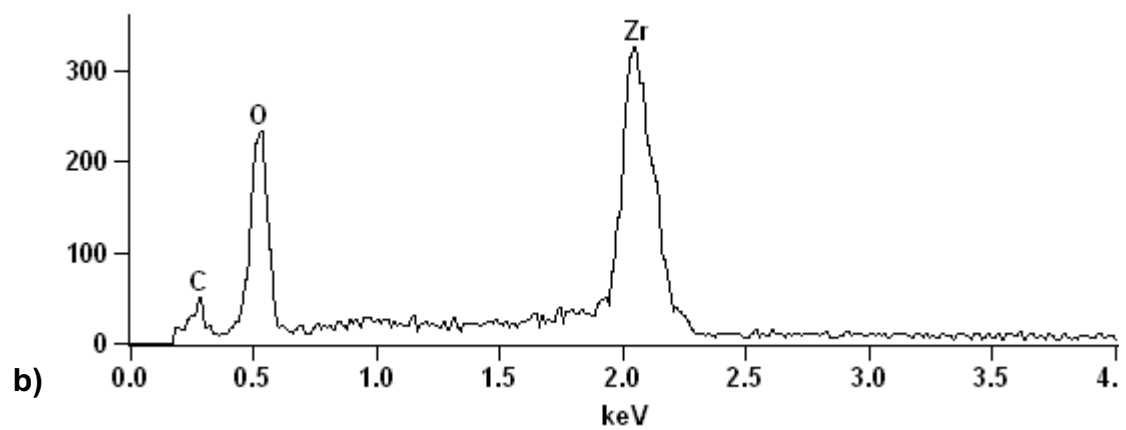
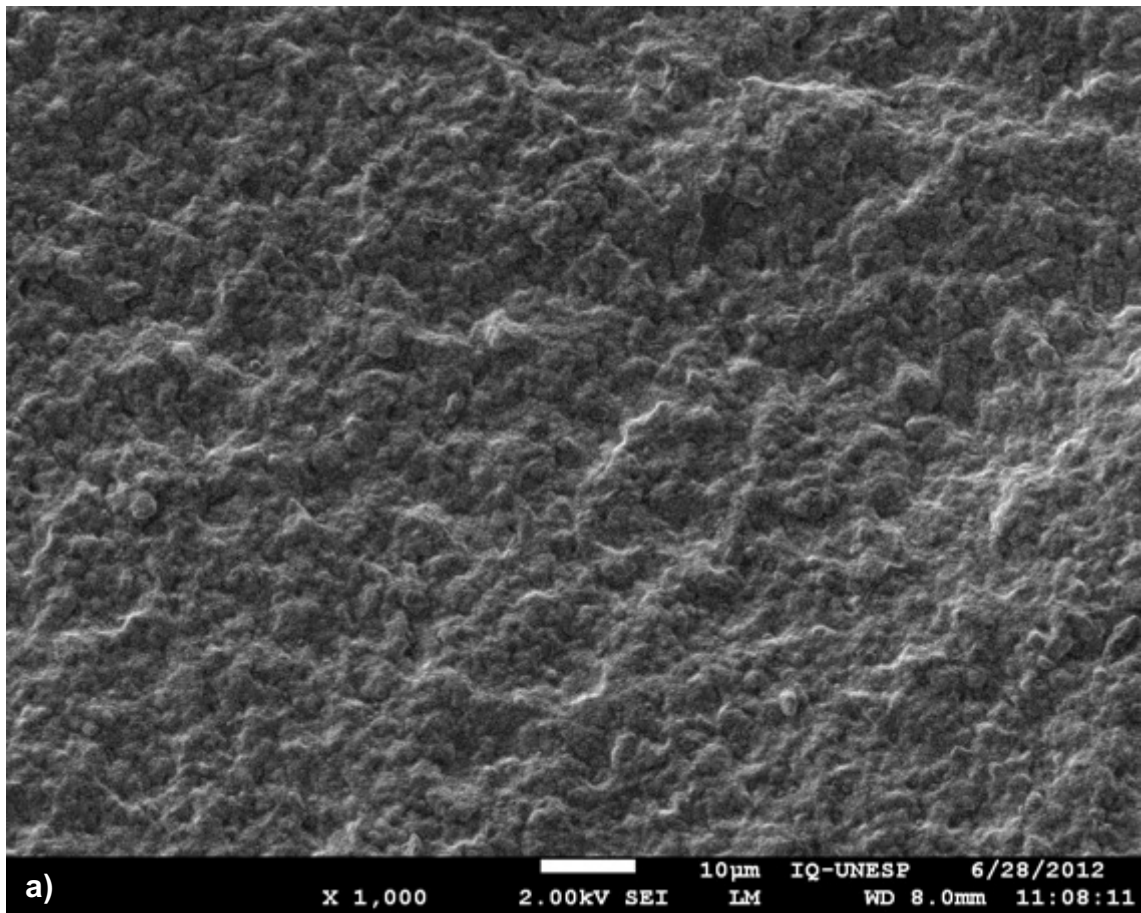


Figura 5 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo LAAS com 1000x de aumento; b) EDS grupo LAAS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 251

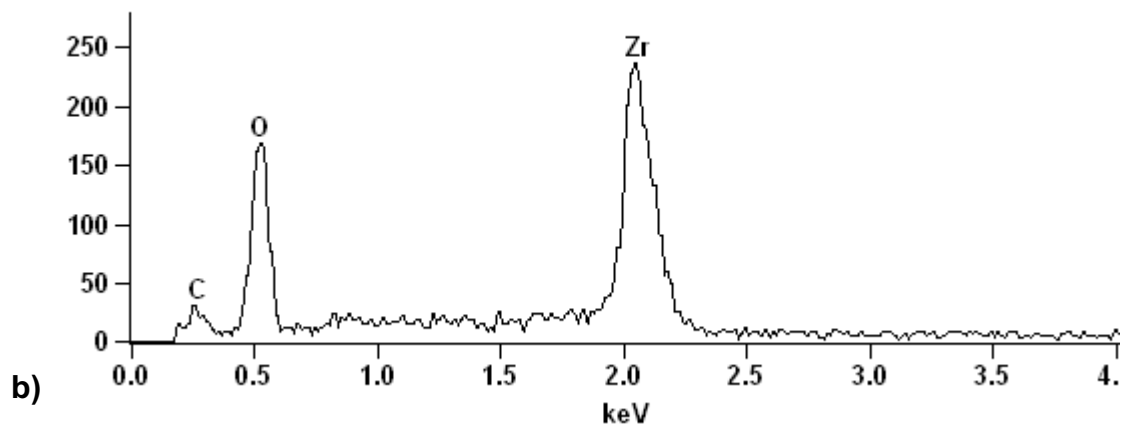
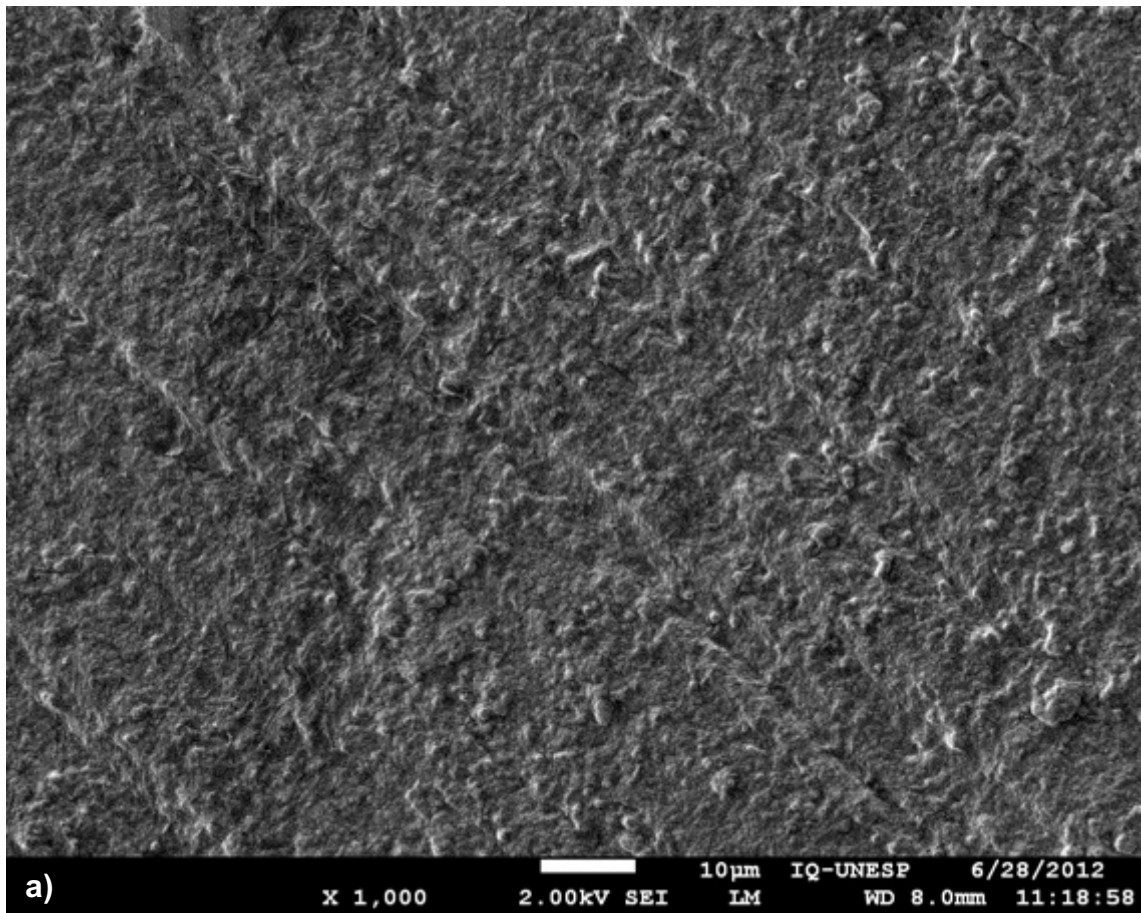


Figura 6 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo LPS com 1000x de aumento; b) EDS grupo LPS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, O e C.



Full scale counts: 349

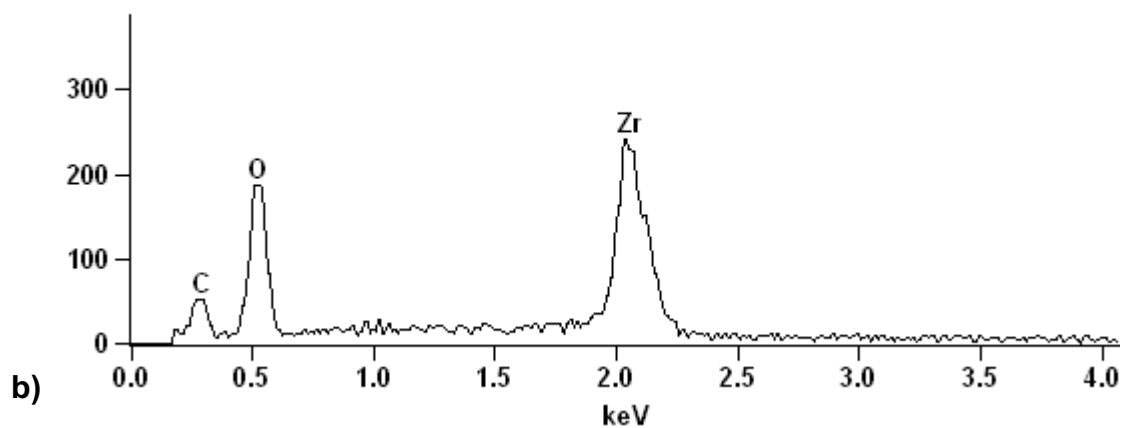
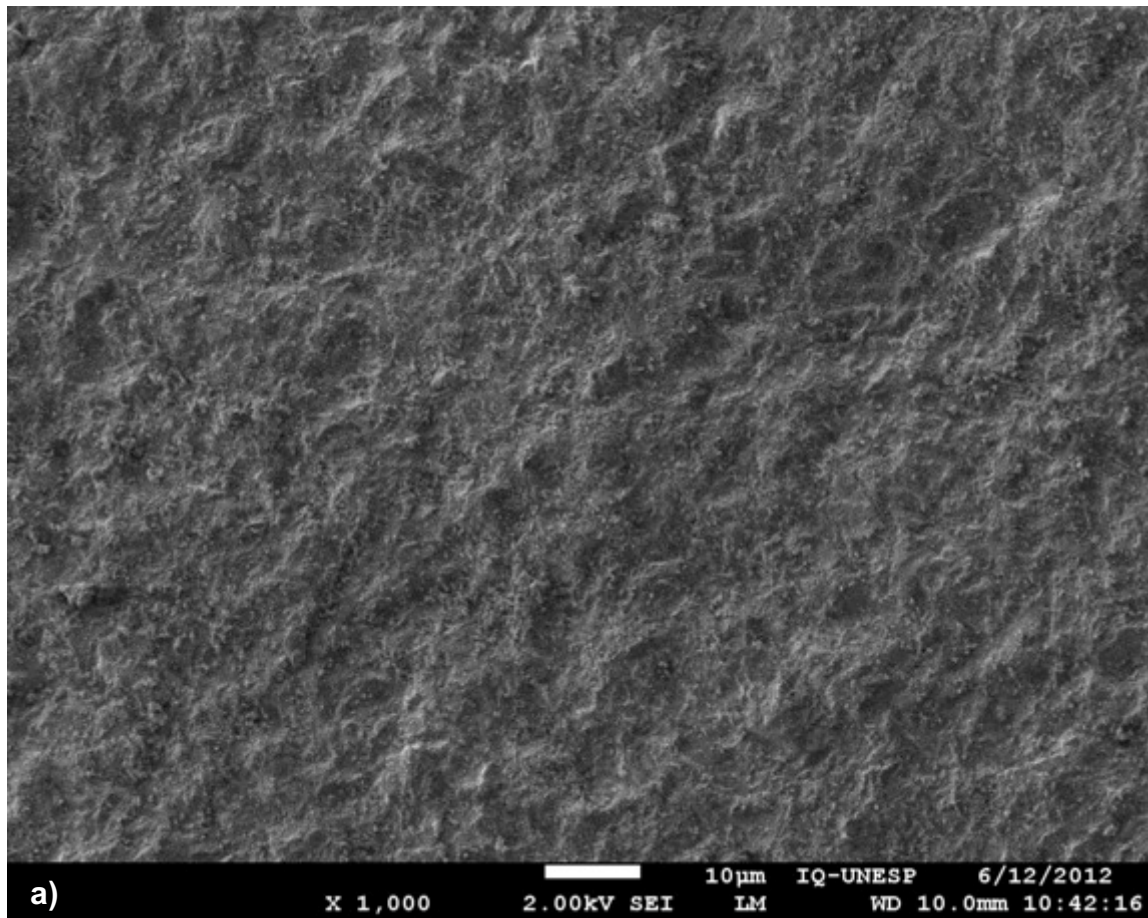


Figura 7 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo JPS com 1000x de aumento; b) EDS grupo JPS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, Al, O e C.



Full scale counts: 401

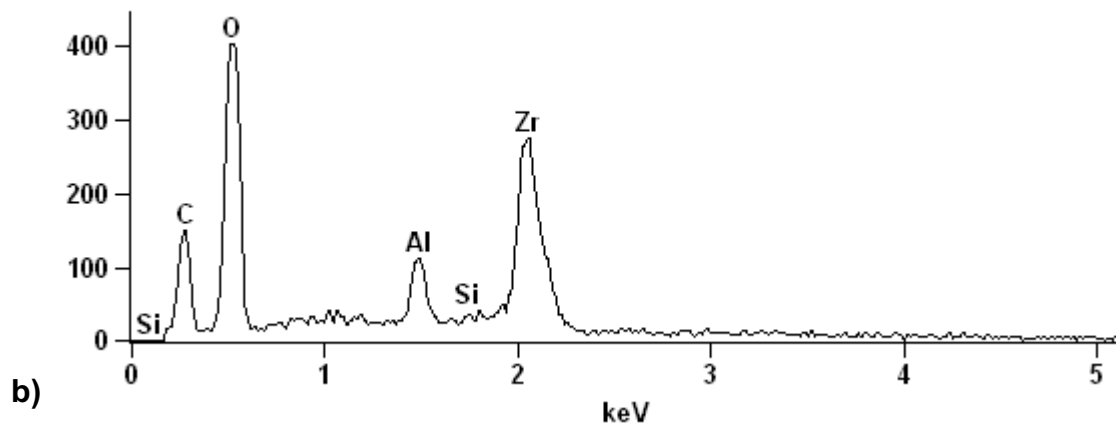
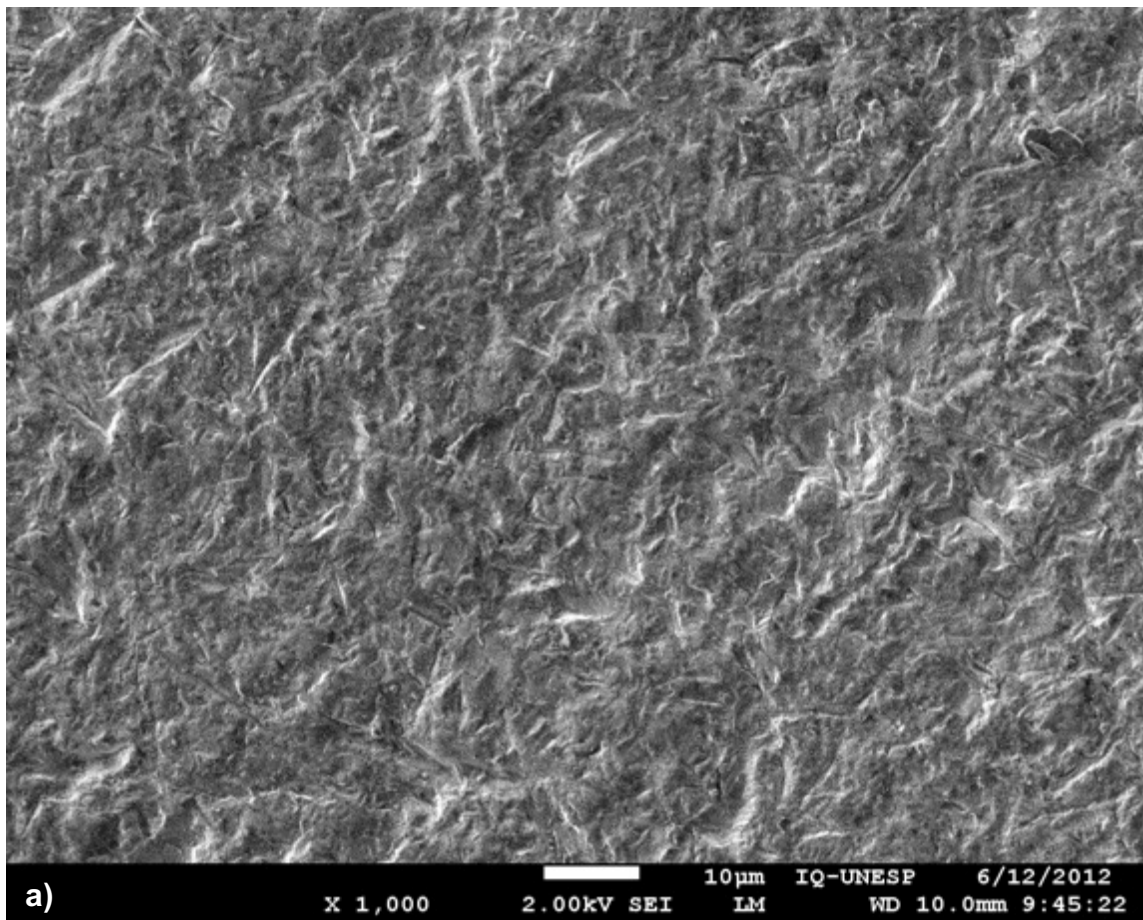
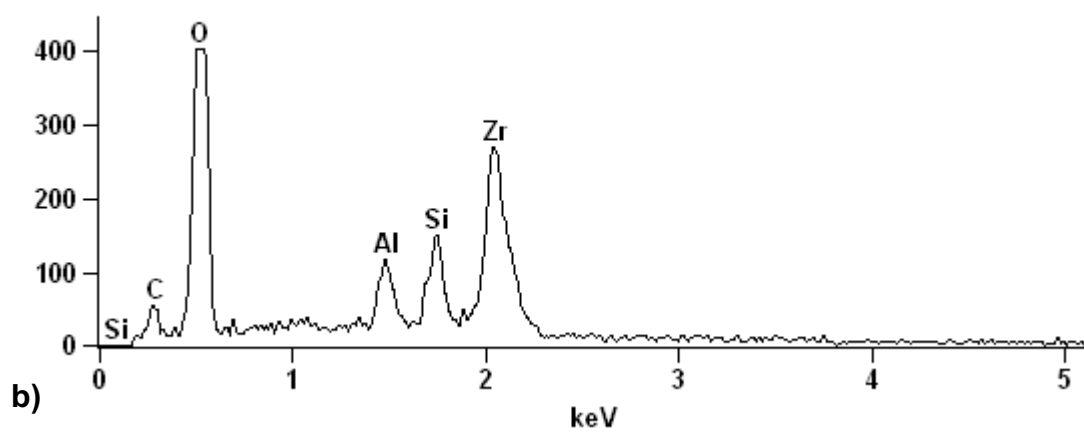


Figura 8 - a) Imagem em MEV da superfície do grupo RPS com 1000x de aumento; b) EDS grupo RPS confirmando a presença dos seguintes elementos químicos: Zr, Al, Si, O e C.



Full scale counts: 401





4 CONSIDERAÇÕES

FINAIS

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Uma melhoria progressiva nas propriedades mecânicas das cerâmicas dentárias levou a um aumento na busca de restaurações *metal free*. Por causa das propriedades mecânicas superiores das cerâmicas a base de Y-TZP, estes materiais têm uma grande variedade de aplicações clínicas, desde pilares de implantes até próteses parciais fixas (PPF) envolvendo vários elementos¹⁴.

No entanto, para alcançar resultados estéticos ideais, estruturas de zircônia necessitam de um recobrimento de porcelanas feldspáticas por apresentarem uma baixa translucidez. E a medida em que infraestruturas de zircônia associadas com porcelana tem sido uma vantagem para aumentar a estética, a interface infraestrutura/porcelana de cobertura é determinada pelo fraco desempenho das porcelanas de cobertura e da sua ligação a infraestrutura de zircônia^{11,44,48}.

O jateamento com partículas de óxido de alumínio pode ser realizado para aumentar a retenção micromecânica entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. Normalmente, o jateamento utiliza partículas de óxido de alumínio com tamanhos que variam de 25um a 250um e estas partículas podem ou não ser revestidas com sílica (deposição triboquímica). O efeito do jateamento sobre as propriedades mecânicas da zircônia tem sido discutidos na literatura, bem como os seus resultados positivos e negativos^{14,18,38}.

É visto na literatura que o jateamento ou mesmo a deposição triboquímica de sílica após a sinterização pode gerar estresse na superfície da zircônia e acelerar a transformação de fase tetragonal para monoclinica, no entanto, o processo de sinterização pode reduzir a proporção da fase monoclinica⁴³. Acreditava-se que o tratamento de superfície feito na

infraestrutura de zircônia pré-sinterizada, diminuiria a quantidade da fase monoclinica após a sinterização e ainda poderia se alcançar como resultado uma estrutura final de infraestrutura em zircônia com mais irregularidades, mais rugosidades e com uma área de maior contato com a porcelana de cobertura, aumentando a união. No entanto, pode-se observar que a resistência de união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia submetida a diferentes tipos de tratamento de superfície foi significativamente maior quando nenhum tipo de tratamento foi realizado ou quando o jateamento foi realizado após a sinterização.

Com relação a resistência à flexão, o momento em que foi realizado os diferentes tratamentos de superfície não influenciou a resistência à flexão da Y-TZP, tendo seu valor aumentado quando se utilizou o jateamento e a deposição triboquímica de sílica após a sinterização da zircônia e, diminuído quando se fez o tratamento de superfície antes ou antes e após a sinterização da zircônia. O tratamento de superfície com maior módulo de Weibull foi o jateamento e deposição triboquímica de sílica realizados após a sinterização da zircônia. Foi observado também por meio da Difração de Raios X que todos os tratamentos de superfície promoveram transformação de fase de tetragonal para monoclinica. E por meio do MEV foi visto que o jateamento, a deposição triboquímica de sílica e o laser quando realizados antes e antes e após a sinterização da zircônia, promoveram a formação de irregularidades e defeitos estruturais maiores do que quando realizados após a sinterização.

Um outro método visto na literatura para tratamento de superfície é o uso do laser Érbio:ítrio-alumínio-granada (Er: YAG). Embora existam muitas informações sobre os efeitos do laser de Er: YAG na irradiação de dentina e

esmalte, sua capacidade em aumentar a rugosidade de cerâmica Y-TZP, ou como tratamento de superfície da zircônia ainda é pouco elucidado na literatura^{15,59}. Foi observado no estudo que o laser de Er: YAG pode representar um método eficaz para o tratamento de superfície da zircônia, aumentando a retenção micromecânica e melhorando a resistência de união da porcelana de cobertura a zircônia, no entanto pesquisas adicionais são necessárias para aperfeiçoar a técnica, e por se tratar de um estudo laboratorial, estudos clínicos também devem ser realizados para demonstrar o efeito a longo prazo dos diferentes protocolos de tratamento de superfície.



5 REFERÊNCIAS

5 REFERÊNCIAS *

1. Aboushelib MN, Jager N, Kleverlaan CJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2005; 21(10): 984-91.
2. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont.* 2008; 17(5): 401-8.
3. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent Mater.* 2006; 22(9): 857-63.
4. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater.* 2008; 24(9): 1268-72.
5. Albers APF, Melchiades FG, Machado R, Baldo JB, Boschi AO. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. *Cerâmica.* 2002; 48(305): 34-7.
6. Aranha AC, Turbino ML, Powell GL. Assessing microleakage of class V resin composite restorations after Er:YAG laser and bur preparation. *Laser Surg Med.* 2005; 37(2): 172-7.

* De acordo com o manual da FOAr/UNESP, adaptadas das normas Vancouver. Disponível no site: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

7. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater.* 2002; 18(8): 590-5.
8. Bader C, Krejci I. Indications and limitations of Er:YAG laser applications in dentistry. *Am J Dent.* 2006; 19(2): 178-86.
9. Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res.* 1990; 69(12): 1791-9.
10. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent.* 2004; 91(4): 356-62.
11. Borges GA, Sophr AM, Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(5): 479-87.
12. Brecker SC. Porcelain baked to gold—a new medium in prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1956; 6(1): 801-10.
13. Burnett LH, Jr., Shinkai RS, Eduardo CP. Tensile bond strength of a one-bottle adhesive system to indirect composites treated with Er:YAG laser, air abrasion, or fluoric acid. *Photomed Laser Surg.* 2004; 22(4): 351-6.
14. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP Ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent.* 2009; 34(3): 344-51.

15. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent*. 2009; 34(3): 280-7.
16. Coornaert J, Adriaens P, De Boever J. Long-term clinical study of porcelain- fused-to-gold restorations. *J Prosthet Dent*. 1984; 51(3): 338-42.
17. Creugers NH, Käyser A, van't Hof MA. A meta-analysis of durability data on conventional fixed bridges. *Commun Dent Oral Epidemiol*. 1994; 22(6): 448-52.
18. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y- TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006; 34(3): 195-206.
19. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater*. 2003; 19(7): 662-9.
20. Dunworth FD. Porcelain fused to gold. *J Prosthet Dent*. 1958; 8(4): 635-9.
21. Evans AG. Perspective on the development of high toughness ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1990; 73(2): 187-206.
22. Filser F, Kocher P, Weibel F, Luthy H, Scharer P, Gauckler LJ. Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *Int J Comput Dent*. 2001; 4(3): 89-106.

23. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J.* 2008; 27(3): 448-54.
24. Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hämmerle CH. Shear bond strength between veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/ alumina. *J Prosthet Dent.* 2010; 103(5): 267-74.
25. Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, Watson TF. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont.* 2011; 20(2): 84–92.
26. Giordano RA, Pelleiter L, Campbell S, Pober R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent.* 1995; 73(5): 411-8.
27. Gokce B, Ozpinar B, Dundar M. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching. *Oper Dent.* 2007; 32(2): 173-8.
28. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of grinding, sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina reinforced dental ceramic. *Biomaterials.* 2004; 25(11): 2153-60.
29. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of allceramic materials, Part II: zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004; 20(5): 449-56.

30. Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) Biomaterials. 2004; 25(20): 5045-52.
31. Johnson CA. Fracture statics of multiple flaw distribution. In: Bradt RC, Evans AG, Hasselman DPH, Lange FF, editors. Fracture mechanics of ceramics: surface flaws, statics, and microcracking. New York: Plenum Press; 1983. p. 365-86.
32. Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. Dent Clin North Am. 1985; 29(4): 621-44.
33. Keith O, Kusy RP, Whitley JQ. Zirconia brackets: an evaluation of morphology and coefficients of friction. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 1994; 106(6): 605-14.
34. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mat. 1998; 14(1): 64-71.
35. Kim HJ, Lim HP, Park YJ, Vang MS. Effect of zirconia surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic. J Prosthet Dent. 2011; 105(5): 315-22.
36. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. J Biomed Mater Res. 2000; 53(3): 304-13.
37. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TPZ zirconia ceramic. Dent Mater. 1999; 15(6): 426-33.

38. Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia TZP and alumina advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 1999;7(4):113-9.
39. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mat*. 2006; 22(2): 195-200.
40. McCabe JF, Carrick TE. A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. *Dent Mater*. 1986; 2(4): 139-42.
41. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J*. 1965; 119(6): 251-67.
42. Moon J, Kim S, Lee J, Ha S, Choi Y. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mat*. 2011; 27(7): 651-63.
43. Ozkurt Z, Kazazoglu E, Unal A. *In vitro* evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zircônia. *Dent Mat J*. 2010; 29(2): 138-46.
44. Paul SJ, Werder P. Clinical success of zirconium oxide posts with resin composite or glass-ceramic cores in endodontically treated teeth: a 4-year retrospective study. *Int J Prosthodont*. 2004; 17(5): 524-8.
45. Raigrodski A, Chiche G, Potiket N, Hochstedler J, Mohamed S, Billiot S. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent*. 2006; 96(4): 237-44.

46. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2007; 20(4): 383-8.
47. Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Schärer P. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int*. 2006; 37(9): 685-93.
48. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J*. 2008; 27(3): 408-14.
49. Scurria MS, Bader JD, Shugars DA. Meta-analysis of fixed partial denture survival: prostheses and abutments. *J Prosthet Dent*. 1998; 79(4): 459-64.
50. Sjölin R, Sundh A, Bergman M. The Decim system for the production of dental restorations. *Int J Comput Dent*. 1999; 2(3): 197-207.
51. Swain MV, Hannink RHJ. Metastability of the martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy: grinding studies. *J Am Ceram Soc*. 1989; 72(8): 1358-64.
52. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mat J*. 2006; 25(4): 669-74.
53. Ural Ç, Külünk T, Külünk S, Kurt M. The effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and resin cement. *Acta Odontol Scand*. 2010; 68(3): 354-9.

54. Valderhaug J. A 15-year clinical evaluation of fixed prosthodontics. *Acta Odontol Scand.* 1991; 49(1): 35-40.
55. Van As G. Erbium lasers in dentistry. *Dent Clin North Am.* 2004; 48(4):1017-59.
56. Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo Cdos R, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: an in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2006; 95(3): 224-9.
57. Yan Noort R. *Introduction to dental materials.* St. Louis: Mosby; 1994. p. 201-14.
58. Zhang y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont.* 2006; 19(5): 442-8.
59. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater.* 2004; 71(2): 381-6.

Autorizo a reprodução deste trabalho.
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 14 de janeiro de 2013.

MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS