



UNESP – Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



SAMIRA BRANCO MARTINS

**EFEITO DA PARTÍCULA E DO MOMENTO DO JATEAMENTO NA
CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL DA ZIRCÔNIA E NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO COM CIMENTO RESINOSO**



UNESP – Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



SAMIRA BRANCO MARTINS

**EFEITO DA PARTÍCULA E DO MOMENTO DO JATEAMENTO NA
CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL DA ZIRCÔNIA E NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO COM CIMENTO RESINOSO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral Área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Mestre em Reabilitação Oral.

Orientadora: Prof^a Dr^a Renata Garcia
Fonseca

Araraquara
2014

SAMIRA BRANCO MARTINS

EFEITO DA PARTÍCULA E DO MOMENTO DO JATEAMENTO NA
CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL DA ZIRCÔNIA E NA RESISTÊNCIA
DE UNIÃO COM CIMENTO RESINOSO

COMISSÃO JULGADORA

Dissertação para obtenção do grau de Mestre

Presidente e Orientador: Prof^a Dr^a Renata Garcia Fonseca

2° Examinador: Prof° Dr° Gelson Luis Adabo

3° Examinador: Prof° Dr° Paulo Henrique dos Santos

Araraquara, 7 de março de 2014

DADOS CURRICULARES

SAMIRA BRANCO MARTINS

Nascimento: 02/07/1988; Itararé – SP

Filiação: Carlos Alberto Martins

Rosa Maria Branco Martins

- | | |
|-------------|---|
| 2007 – 2011 | Curso de Graduação
Faculdade de Odontologia de Araraquara
Universidade Estadual Paulista – UNESP |
| 2012 – 2014 | Curso de Mestrado – Área de Prótese
Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral
Faculdade de Odontologia de Araraquara
Universidade Estadual Paulista – UNESP |
| 2013 – 2014 | Aperfeiçoamento em Reabilitação Oral
APCD – Ribeirão Preto |

DEDICATÓRIA

Dedico primeiramente este trabalho a **Deus**, como tudo que faço em minha vida!

Carlos, Rosa e Diogo, pessoas que tenho o maior orgulho de chamar de minha família e a maior gratidão que possa existir! Pai e mãe, obrigada por tudo! Meu amor por vocês é imensurável e sem o apoio de vocês não seria possível a realização desse trabalho. Vocês são o meu exemplo, meus heróis e meu porto seguro! Di, você é o meu amigo que Deus me deu como irmão! Obrigada por estar sempre comigo! Meu companheiro de vida e de profissão! Amo você e estarei sempre ao seu lado irmão!

Ao meu namorado **Victor**, por todo apoio que tem me dado, por toda a força e compreensão. Sem o seu suporte tudo teria sido bem mais difícil. Obrigada por estar comigo em todas as horas, por me escutar sempre que preciso, pelos seus conselhos e por ser exatamente como você é! Te amo!

Com muito carinho,

Dedico este trabalho a vocês!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus** por tudo o que ele tem me proporcionado.

Por ter colocado pessoas tão boas em meu caminho, pela oportunidade de aprender, por ter me amparado em todas as horas nas quais precisei, por estar sempre comigo e pela realização desse trabalho, pois sei que nada acontece se essa não for sua vontade.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora e amiga **Renata**, obrigada por tudo! Pela paciência, pelos conselhos, pela sua ética, pela preocupação e dedicação. Acredito que poucas pessoas tenham o dom de conduzir um trabalho com tanta seriedade e competência como você. Obrigada por todos esses anos de convívio e por toda confiança depositada em mim!

Ao meu amigo e professor **Filipe Abi-Rached** que tanto me ajudou e compartilhou comigo um pouco de seu vasto conhecimento. Obrigada pela paciência que sempre teve comigo, afinal, desde 2008, quando comecei na iniciação científica, você sempre esteve disposto a me ensinar e a me fazer gostar da área acadêmica. Obrigada pela sua seriedade em me ajudar a conduzir esse trabalho. A vivência com você me fez amadurecer muito nessa área (além de ter me feito adquirir alguns “TOCs” também...rs).

Obrigada por tudo!

AGRADECIMENTOS

À minha segunda família que formei em Araraquara no período de graduação, e que será minha segunda família para sempre: **Miriane, Paula, Carol e Mari**. Vocês são fundamentais na minha vida! Amo vocês profundamente e agradeço por todo carinho e por toda amizade de vocês!

Agradeço a toda minha família: minha **vó Rosa**, sempre tão preocupada e tão amorosa! Meus **tios, tias e primos** que fazem minha vida tão feliz. Obrigada **vô Lito** e **vô Pedro** por sempre cuidarem de mim aí de cima e à minha **vó Merge** que está sempre nas minhas mais doces lembranças.

Obrigada ao meu anjo da guarda, meu primo **Matheus**, por continuar cuidando de mim e pelo privilégio que pudemos ter, desfrutando da sua convivência em sua passagem por aqui. Você estará para sempre em nossos corações.

AGRADECIMENTOS

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP)**, por todos os bons momentos vividos e pela minha formação profissional.

Aos professores de Materiais Dentários: **Renata, Gelson, Carlos Cruz e Geraldo** por dividirem comigo, a cada semana de estágio docência, um pouco de seus conhecimentos e pelo aprendizado que tive e continuo tendo com vocês. À professora **Juliana Bonini Campos** pela cooperação no trabalho e disposição em sempre me ensinar.

Agradeço também à **turma 82** que ficará para sempre em minha memória, **colegas de laboratório, colegas da Pós Graduação** e a todos os **funcionários e professores** do departamento.

AGRADECIMENTOS

Ao **Instituto de Química** da Unesp de Araraquara, pela cooperação nesse trabalho e disponibilidade para que eu pudesse realizar as análises de microscopia eletrônica de varredura e de composição elementar.

Um agradecimento especial à **USP Ribeirão Preto e aos técnicos de laboratório** (Ana Paula, Edson e Ricardo) que foram sempre tão prestativos e gentis comigo. Obrigada pelo carinho.

Ao **Zé Antônio** e ao **Laboratório Vagner** por me ajudarem na confecção dos blocos de zircônia e sinterização. Obrigada por toda presteza!

À **FAPESP** (Fundação de Amparo em Pesquisa do Estado de São Paulo), pela confiança depositada e por todo suporte, sem o qual dificultaria a realização desse trabalho.

“Conheça todas as teorias, domine todas as técnicas, mas ao tocar uma alma humana, seja apenas outra alma humana”.

Carl Jung

RESUMO

Martins SA. Efeito da partícula e do momento do jateamento na caracterização superficial da zircônia e na resistência de união com cimento resinoso [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da Unesp; 2014.

RESUMO

Apesar das restaurações em cerâmicas Y-TZP (*Yttria tetragonal zirconia polycrystal*) estarem sendo cada vez mais utilizadas na prática clínica devido às suas excelentes propriedades, tratamentos de superfície ainda são necessários para a melhoria de sua adesão com cimentos resinosos. Este estudo avaliou a influência da partícula e do momento do jateamento na caracterização superficial de uma cerâmica Y-TZP e na sua resistência de união com cimento resinoso. Espécimes de zircônia foram submetidos aos seguintes tratamentos com jateamento: partículas de Al_2O_3 de 50 μm ; partículas de Al_2O_3 de 120 μm ; partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Rocatec Soft); e partículas de Al_2O_3 de 110 μm modificadas por sílica (Rocatec Plus). O jateamento foi realizado em três momentos diferentes: após a sinterização da zircônia (PÓS) (grupo controle); antes da sinterização da zircônia (PRÉ); e antes/após a sinterização (PP). A caracterização da superfície da zircônia incluindo rugosidade superficial (n=10), molhamento (n=10), microscopia eletrônica de varredura (n=2) e composição elementar (n=2) foi realizada. O teste de resistência de união ao cisalhamento (RC) (n=11) foi conduzido após a termociclagem dos espécimes (10000 ciclos – 5°C e 55°C). O modo de fratura foi analisado através de um estereomicroscópio (x 20). Rugosidade, molhamento e RC foram analisados através da ANOVA dois fatores e o teste de Tukey ($\alpha=,05$). Nos grupos PRÉ e PP, a rugosidade aumentou de acordo com o tamanho da partícula. Independentemente da partícula, o grupo PÓS apresentou os menores valores de rugosidade, enquanto os grupos PRÉ e PP não apresentaram diferença significativa

entre eles. De uma maneira geral, as partículas de Al_2O_3 de 120 μm e Rocatec Plus apresentaram os maiores e menores ângulos de contato. Com relação à partícula, os grupos PRÉ e PP exibiram o maior e o menor ângulo de contato, enquanto o grupo controle (PÓS) apresentou uma posição intermediária. A partícula e o momento do jateamento não promoveram padrões morfológicos uniformes. A presença adicional do elemento Si nos grupos Rocatec Soft e Plus foi a única diferença observada entre esses grupos em relação aos grupos com partículas de Al_2O_3 . No grupo PRÉ, os maiores e menores valores de RC foram obtidos por Al_2O_3 de 120 μm e Rocatec Soft. Nos grupos PP e PÓS, o maior RC foi observado quando o jateamento foi realizado com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica. Não houve diferença significativa na RC entre os grupos PÓS e PP. Todos os grupos exibiram 100% de falha adesiva. A partícula teve maior influência na rugosidade, quando o jateamento foi realizado antes da sinterização da zircônia, mostrando um maior potencial para a deformação da superfície. Quando o jateamento é realizado após a sinterização (grupos PP e PÓS), as partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica promoveram maior molhamento e valores de RC.

Palavras-chave: cerâmicas; abrasão dental por ar; topografia; molhabilidade; resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

Martins SA. Effect of particle and the air abrasion moment on surface characterization of zirconia and bond strength with resin cement [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da Unesp; 2014.

ABSTRACT

Despite Y-TZP (yttria tetragonal zirconia polycrystal) ceramic restorations became widely used in clinical practice due to its excellent properties, surface treatments are required for the improvement of the adhesion with resin cements. This study evaluated the influence of the particle and air abrasion moment on the surface characterization of a Y-TZP ceramic and its bond strength with a resin cement. Zirconia specimens were air-abraded with the following particles: 50 μm Al_2O_3 particles; 120 μm Al_2O_3 particles; 30 μm silica-coated Al_2O_3 particles (Rocatec Soft); and 110 μm silica-coated Al_2O_3 particles (Rocatec Plus). Air-abrasion was performed in 3 different moments: after zirconia sintering (AS)(control group); before zirconia sintering (BS); before and after zirconia sintering (BAS). The zirconia surface characterization including roughness (n=10), wettability (n=10), morphology (n=2) and elemental composition (n=2) was performed. The SBS test (n=11) was conducted after thermal cycling (10,000 cycles - 5°C and 55°C). Failure mode was determined with a stereomicroscope ($\times 20$). Roughness, wettability and SBS data were analyzed by two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha=0.05$). For BS and BAS, the roughness increased according to the increase in the particle size. AS showed the lowest roughness, while BS and BAS did not exhibit significant difference each other. In general, Rocatec Plus and 120 μm Al_2O_3 particles provided the lowest and the highest contact angle. BS and BAS exhibited the highest and the lowest contact angle. The particle as well as the air-abrasion moment did not promote regular morphological patterns. The additional presence of the Si element in the groups

abraded with silica-modified Al_2O_3 particles was the only difference observed between these groups and those abraded with Al_2O_3 particles. For BS, the highest and the lowest SBS was provided by 120 μm Al_2O_3 particles and Rocatec Soft. For BAS and AS, the highest SBS was achieved with the silica-modified Al_2O_3 particles. There was no significant difference in SBS between the AS and BAS groups. All groups exhibited 100% adhesive failures. The particle influenced more the roughness when air-abrasion was performed before sintering, having a greater potential to imprint the zirconia surface. When air-abrasion happens after sintering (BAS and AS), silica-modified Al_2O_3 particles provided higher wettability and SBS values.

Keywords: ceramics; air abrasion; aluminum oxide; topography; wettability; shear strength.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio ou alumina
SiO ₂	Óxido de silício ou sílica
MDP	<i>10 methacryloyloxydecryl dihydrogen phosphate</i>
MPS	<i>3-trimethoxysilylpropylmethacrylate</i>
4-META	<i>4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride methyl methacrylate</i>
MFA	Microscopia de Força Atômica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
DRX	Difração de raio-X
HF	Ácido fluorídrico
RC	Resistência de união ao cisalhamento
RFB	Resistência flexural biaxial
RM	Resistência de união à microtração

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO.....	19
REVISÃO DA LITERATURA.....	26
PROPOSIÇÃO.....	55
MATERIAL E MÉTODO.....	57
RESULTADO.....	68
DISCUSSÃO.....	82
CONCLUSÃO.....	89
REFERÊNCIAS.....	91

INTRODUÇÃO

INTRODUÇÃO

Para que as restaurações indiretas, independentemente do material restaurador, tenham maior longevidade, um dos requisitos é que a união na sua interface com o cimento seja forte e estável. No caso das restaurações confeccionadas em zircônia, pelo fato de não estabelecerem retenção friccional com os preparos dentais, os cimentos resinosos são os mais recomendados, por apresentarem propriedades mecânicas melhoradas em relação aos demais cimentos^{17,19} e pela possibilidade de se ter uma cimentação adesiva com eles^{6,41}.

De acordo com alguns estudos^{1,6,46}, para que se tenha uma forte união na interface zircônia/cimento resinoso, tratamentos realizados na superfície da restauração devem promover rugosidade e também ativá-la quimicamente possibilitando, desta forma, respectivamente a imbricação (união mecânica) e a interação química (união química) com o cimento.

De acordo com Kern et al.²⁷ e Aboushelib et al.³, mesmo que entre o material restaurador e o cimento haja reações químicas, a sua susceptibilidade à degradação hidrolítica em meio aquoso, bem como o risco de contaminação da superfície interna da restauração durante seu manuseio, tornam a união mecânica indispensável. Alguns estudos^{2,27,47,50} indicam que, sem a presença do mecanismo mecânico, ou seja, se não houver rugosidades na superfície do material restaurador, o mecanismo químico torna-se ineficaz, com valores de resistência adesiva incompatíveis com a necessidade clínica.

Apesar de haver vários métodos para se criar rugosidades na superfície da zircônia, como deposição de camada de alumina de 240 nm²⁵, laser^{4,22}, *selective infiltration etching (SIE)*^{1,12}, *hot etching solution*¹², entre outros, os quais

proporcionarão a imbricação na interface, o jateamento constitui-se no método mais simples e mais utilizado^{9,27,33}.

Duas composições diferentes de partículas podem ser empregadas no jateamento: as *convencionais* e as *modificadas*. As *convencionais* são constituídas por partículas de Al_2O_3 , enquanto as *modificadas* apresentam também essa composição, porém, são revestidas por sílica⁷. Ambas as partículas podem ser encontradas em diversos tamanhos. As partículas *convencionais* geralmente estão disponíveis nos tamanhos de 50 μm a 250 μm . As partículas *modificadas*, com seus respectivos tamanhos, estão presentes nos sistemas Cojet Sand/Rocatec Soft (30 μm) e Rocatec Plus (110 μm), ambos da 3M ESPE, bem como em outros sistemas disponíveis no mercado europeu, como as partículas de 50 μm fabricadas pela Supradental (Madri, Espanha)³⁹. Essas partículas *modificadas*, além de favorecerem a retenção na interface cimento/restauração, criam uma superfície preparada para reagir quimicamente com um silano, devido à presença da sílica na superfície dessas partículas. Portanto, o jateamento realizado com essas partículas promove união mecânica e prepara a superfície para uma união química que se consagra com a aplicação do silano após o jateamento^{7,27}.

Apesar da variabilidade das partículas empregadas no jateamento com relação ao tamanho e composição, as informações existentes na literatura sobre a influência de ambos os fatores na composição, morfologia^{10,39}, rugosidade^{18,39} e molhamento da zircônia são escassas; em algumas situações, controversas e, no caso da composição e do molhamento, inexistentes.

Quanto à morfologia de superfície, embora alguns estudos tenham avaliado os efeitos de determinados tratamentos na superfície da zircônia, apenas em duas pesquisas^{10,39} o efeito do tamanho das partículas foi investigada. Oyague et al.³⁹

observaram, por meio de microscopia de força atômica (MFA), que o jateamento da zircônia com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica de 50 μm promoveu apenas uma pequena alteração na textura superficial em relação ao grupo controle (sem tratamento), enquanto o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 125 μm produziu microretenções na forma de “lâmina de faca”, sem fendas. Casucci et al.¹⁰, utilizando o mesmo método empregado no estudo de Oyague et al.³⁹, comentam que os grupos jateados com partículas de Al_2O_3 de 125 μm , bem como aqueles condicionados com ácido fluorídrico a 9,5% por 90 segundos apresentaram o mesmo padrão de morfologia de superfície quando comparados ao grupo que não recebeu tratamento (grupo controle).

Com relação à rugosidade, apenas dois estudos foram encontrados e ainda com resultados contraditórios^{18,39}. Curtis et al.¹⁸ observaram, por meio de um perfilômetro, que o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 25 μm , 50 μm ou 110 μm reduziu a rugosidade da zircônia Lava quando comparado ao grupo controle (que representa os espécimes como vêm do laboratório), não havendo diferença significativa na atuação dos três tamanhos de partícula. Esses autores justificaram seus resultados como uma possível redução de defeitos existentes na superfície da zircônia inerentes ao material ou resultantes de seu processamento. Em contrapartida, no estudo de Oyague et al.³⁹, no qual empregaram microscopia de força atômica (MFA), as partículas de Al_2O_3 de 125 μm promoveram maior rugosidade que as partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica de 50 μm que, por sua vez, resultaram em maior rugosidade que o grupo controle (sem tratamento).

As zircônias estabilizadas por ítria, por apresentarem reduzidos molhamento e tensão superficial, possuem desvantagens em relação à união com materiais resinosos quando comparadas às ligas metálicas⁴⁵. Entretanto, apesar de alguns

estudos^{7,14,28-30} sugerirem que o jateamento diminui a tensão superficial permitindo maior molhamento da superfície, em nenhum deles essa propriedade, de fato, foi avaliada. Portanto, apesar da importância do molhamento na questão da resistência adesiva da interface zircônia/cimento³⁵, os efeitos do tamanho e da composição das partículas empregadas no jateamento nessa propriedade são desconhecidos.

Considerando que esses aspectos relacionados à superfície do material são fundamentais na determinação da resistência de união da interface material restaurador/cimento resinoso, existe a necessidade de investigá-los, juntamente com a resistência adesiva, em função da composição e do tamanho das partículas empregadas no jateamento.

Uma outra preocupação é que, as zircônias sinterizadas, por serem materiais compactos^{33,40}, apresentando elevada dureza^{10,11,15}, oferecem resistência ao jateamento⁴⁰, necessitando, portanto, que, nesse procedimento, seja empregada uma pressão mais elevada ou então partículas maiores (com relação às empregadas no jateamento de ligas metálicas) para a criação de microrugosidades na superfície jateada, necessárias para que ocorra a imbricação na interface restauração/cimento.

Contudo, o jateamento, quando mais agressivo, pode resultar em certos danos, os quais podem comprometer a longevidade das restaurações. O uso de partículas maiores pode criar defeitos na superfície da zircônia, prejudicando sua interface com o cimento⁴⁰ e também reduzindo sua resistência coesiva⁴², a qual também pode ser comprometida ao empregar-se uma pressão elevada no jateamento¹⁰.

Além desses aspectos, é importante ressaltar a influência do momento do jateamento na transformação de fase da zircônia. Moon et al.³⁸ observaram um

conteúdo de fase monoclinica em torno de 0% e 11,4%, respectivamente, para o jateamento pré e pós sinterização desse substrato. Segundo esses autores, o jateamento da zircônia sinterizada, sem a realização de tratamento térmico adicional, pode induzir uma maior transformação da fase tetragonal para monoclinica. Esse comportamento diminui a resistência mecânica da zircônia e aumenta sua tendência à fratura devido à ausência do seu mecanismo de tenacificação (*transformation toughening*) sob cargas críticas.

Sendo assim, um possível caminho para contornar essa situação seria realizar o jateamento em um momento em que a zircônia encontra-se mais passível de ser jateada, ou seja, antes da sua sinterização, possibilitando, com isto, o emprego de partículas menores e menor pressão. Com relação a este enfoque, poucos estudos^{36,38} foram realizados. Monaco et al.³⁶ avaliaram o efeito do tamanho das partículas (30 μm , 50 μm e 110 μm) empregadas no jateamento prévio a sinterização da zircônia e o efeito do momento deste procedimento com as partículas de Al_2O_3 de 50 μm . Entretanto, esse estudo avaliou a atuação desses dois fatores apenas na resistência de união da interface zircônia/cimento. Por outro lado, Moon et al.³⁸ observaram a resistência de união entre diferentes cimentos resinosos e zircônia, bem como caracterizaram a superfície desse substrato química e morfologicamente. No entanto, os autores não utilizaram o mesmo tamanho de partícula de Al_2O_3 para o jateamento pré (70 μm) e pós sinterização (50 μm) da zircônia.

Como já comentado anteriormente, a investigação não só do tamanho de partícula, mas também do momento do jateamento e, ainda, das diferentes combinações entre esses dois fatores na caracterização da superfície da zircônia é

fundamental para a melhor compreensão dos mecanismos de união envolvidos naquela interface.

Com base no exposto, será objetivo do presente estudo avaliar o efeito da partícula de Al_2O_3 e do momento do jateamento na composição, morfologia, molhamento e rugosidade da superfície da zircônia tratada, bem como na resistência de união da interface zircônia/cimento resinoso.

A hipótese nula do presente estudo é que a partícula, bem como o momento do jateamento não influenciam os aspectos relacionados à superfície da zircônia e sua resistência de união com cimento resinoso.

REVISÃO DA LITERATURA

REVISÃO DA LITERATURA

Kern, Thompson³⁰ (1993) avaliaram o efeito do jateamento e da deposição de sílica em ligas metálicas na perda de volume e mudanças morfológicas e de composição de superfície. Para esse estudo, ligas de metais de base (NiCr e CoCr) e liga nobre (AuAgCu) foram utilizadas e submetidas aos seguintes tratamentos: jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm ; jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm modificadas por sílica; jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm revestidas por sílica nos espécimes já jateados; jateamento com partículas de Al_2O_3 de 250 μm com pressão de 0,25 MPa; e jateamento com partículas de Al_2O_3 de 250 μm com pressão de 0,40 MPa. Foram realizadas as análises de perda de material (com uma balança de precisão), MEV e EDS. A perda de material foi maior para o metal nobre em comparação aos metais de base, mas isso não parece ser um ponto crítico para as restaurações dentais. O jateamento com Al_2O_3 de 110 μm e 250 μm resultaram em rugosidades micromecânicas na superfície. Algumas partículas, independentemente do sistema utilizado, foram encontradas soltas na superfície, mas foram removidas após a limpeza com ultrassom. A análise de EDS mostrou a presença de alumina em todas as ligas após o jateamento, e uma camada pequena de sílica nos grupos jateados com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica. Os autores concluíram que o jateamento é recomendado como pré-tratamento para melhorar a união mecânica e química (quando se utiliza o sistema triboquímico) das ligas metálicas.

Kern, Thompson ²⁹ (1994) estudaram o efeito do jateamento e da deposição de sílica no titânio. Espécimes de titânio foram submetidos aos seguintes tratamentos: 1) Polimento; 2) Jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm); 3) Jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm) seguido por partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Plus - 110 μm); 4) Jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm) e limpeza em ultrassom com acetato de etilo; 5) Jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm) seguido por partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Plus - 110 μm) e limpeza em ultrassom com acetato de etilo; e 6) Jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm) seguido por limpeza em ultrassom com acetato de etilo e aplicação de sílica através de procedimento térmico. A análise de perda de volume foi feita através de uma balança de precisão, a de morfologia de superfície através de MEV e a de composição de superfície através de EDS. A perda de volume após o jateamento com partículas de alumina de 110 μm não foi diferente em relação às partículas de sílica de 110 μm . O padrão morfológico da aplicação de sílica através de procedimento térmico foi igual em relação ao jateamento, revelando uma superfície rugosa. A análise de EDS mostrou picos de titânio nos espécimes polidos e, após o jateamento, um aumento na presença de alumínio e de sílica nos tratamentos triboquímicos. Os autores concluíram que o jateamento tem um papel fundamental na união do metal, criando uma superfície mais rugosa, e que a limpeza com ultrassom é fundamental para remover partículas provenientes do jateamento que ficam soltas e prejudicam a resistência e durabilidade do material.

Kosmac et al. ³²(1999) avaliaram o efeito da abrasão e do jateamento na microestrutura e na RFB da zircônia (Y-TZP). Os procedimentos para o tratamento de superfície foram divididos nos seguintes grupos: apenas sinterização (controle),

abrasão a seco e na presença de água com fresas diamantadas finas e grossas, abrasão a seco (fresas diamantadas finas e grossas) + jateamento, e jateamento + abrasão a seco (fresas diamantadas finas e grossas). Antes e após os tratamentos de superfície, os espécimes foram analisados através de DRX, a qual mostrou que o grupo controle apresentou 100% de fase tetragonal, no entanto, após os tratamentos superficiais, picos de fase monoclinica foram detectados. Não foi encontrada diferença significativa entre as abrasões com granulações finas e grossas, no entanto, houve diferença entre o controle e a abrasão de granulação fina (a seco e na presença de água), o que não ocorreu com a abrasão de grossa granulação. Não houve diferença significativa nas médias de RFB entre as abrasões a seco e na presença de água. O jateamento aumentou a RFB. Os autores concluíram que a resistência da zircônia submetida a tratamentos de superfície é ainda maior comparada a outro tipo de cerâmica sem nenhum tratamento superficial.

Guazzato et al.²³ (2005) observaram a influência do tratamento térmico e de superfície na RFB de uma cerâmica Y-TZP. Cento e sessenta barras de zircônia (DC – Zirkon) foram divididas em 8 grupos: Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm (S); Jateamento (nas mesmas condições) e tratamento térmico com dois ciclos, o primeiro à 930°C e o segundo à 910°C (SH); Abrasão com fresa diamantada paralela à aplicação da força de tração (GPA); Abrasão paralela e tratamento térmico (GPAH); Abrasão perpendicular ao eixo principal dos espécimes (GPE); Abrasão perpendicular e tratamento térmico (GPEH); Polimento com discos diamantados de granulações de 1, 3, 9, 15, 30, 70 e 90 μm ; e Polimento e tratamento térmico (PH). O teste de RFB foi realizado em uma máquina de ensaios universal, e também foram realizadas análises de tamanho de fratura, MEV e DRX.

O tratamento térmico e de superfície tiveram influência significativa na RFB, e de uma maneira geral, o tratamento térmico tende a diminuir a resistência. A análise de DRX mostrou grande quantidade de fase monoclinica após o jateamento e a abrasão. A microscopia revelou que a orientação dos defeitos e trincas é independente da direção da abrasão. A superfície polida se mostrou mais homogênea, no entanto algumas arranhaduras estavam orientadas aleatoriamente. No entanto, os maiores defeitos não foram observados após o jateamento. A fratura crítica, que deu início à fratura dos espécimes, não foi identificada, porém, a convergência dos riscos foi utilizada para determinar sua região. Os autores concluíram que o jateamento e abrasão podem aumentar a RFB da zircônia, desde que não seja seguida por tratamento térmico. O polimento final pode remover a camada de estresse compressivo, diminuindo a RFB.

Matinlinna et al.³⁴ (2006) avaliaram a adesão da zircônia com cimentos resinosos utilizando alguns organosilanos. Espécimes de zircônia foram jateados com partículas de Al_2O_3 (110 μm) seguido por partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Plus - 110 μm) e divididos de acordo com os silanos e cimentos resinosos aplicados. Os silanos utilizados foram: 1) 3-metacriloloxypiltrimetoxisilano; 2) 3-acriloloxypiltrimetoxisilano e 3) 3-isocianatopropiltrimetoxisilano; e, os discos foram confeccionados em Bis-GMA, MMA, DMAEMA ou em RelyX ARC. Após o processo de cimentação, todos os espécimes foram testados em condições secas e em termociclagem (6000; 5-55°C) e submetidos ao ensaio de resistência de união ao cisalhamento (RC) através de uma máquina de ensaios mecânicos universal até ocorrer a fratura. Além disso, foram realizadas as análises de MEV e EDS. Tanto em condições secas, como em

termociclagem, a maior RC foi obtida por RelyX ARC com o silano 1. Em geral, a termociclagem diminuiu a RC, principalmente para o cimento Bis-GMA. Todos os espécimes silanizados com o silano 3 descolaram espontaneamente durante a termociclagem. A fratura predominante foi adesiva. Os autores concluíram que os valores de RC são dependentes do cimento resinoso utilizado, bem como do silano e do armazenamento.

Curtis et al.¹⁸ (2006) analisaram a influência da modificação superficial na resistência mecânica, dureza, composição de fase e caracterização de uma zircônia parcialmente estabilizada por ítria. Discos da zircônia Lava (3M ESPE) foram confeccionados e divididos em dois grupos: 1) jateamento com Al_2O_3 (não jateado – controle; 25 μm ; 50 μm ; 110 μm) seguido de armazenamento a seco ou em água a 37 °C por 24 horas; 2) desgaste com broca diamantada (20-40 μm a seco ou 125 - 150 μm sob irrigação). Após os tratamentos, foi realizado o ensaio de RFB, bem como as análises de MEV e rugosidade superficial (rugosímetro), dureza Vickers (microdurômetro) e DRX. Os autores observaram que, independentemente do tamanho de partícula, o jateamento reduziu a rugosidade superficial da zircônia. A utilização a seco de broca diamantada de maior granulometria aumentou significativamente a rugosidade de uma forma assimétrica, o qual foi identificado com um baixo índice de stress comparada ao controle e a uma broca mais fina. O desgaste a seco com broca diamantada promoveu aumento significativo da rugosidade superficial. Nos grupos umedecidos, não houve diferença no tamanho da broca, porém eles apresentaram uma redução na resistência comparada ao controle. Os autores concluíram que as técnicas de modificação de superfície pré-cimentação influenciam a quantidade de defeitos superficiais e também o

mecanismo de tenacificação. Além disso, foi observado um efeito prejudicial do desgaste com brocas de maior granulometria na resistência mecânica da zircônia.

Amaral et al.⁵ (2007) avaliaram a durabilidade da resistência de união entre um cimento resinoso e a zircônia submetida à vários métodos de condicionamento de superfície. Vinte e quatro espécimes de zircônia foram divididos em três grupos de acordo com o tratamento de superfície: 1) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm e aplicação de silano (ESPE-Sil); 2) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm seguido por jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Plus – 110 μm) e aplicação de silano; e 3) por jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Soft – 30 μm) e aplicação de silano. Os espécimes foram cimentados com o cimento resinoso Panavia F e divididos em dois grupos de acordo com as condições de teste: em condições secas e em termociclagem (6000; 5-55°C). Após isso, eles foram submetidos ao teste de RM através de uma máquina de ensaios universal, e por meio de um microscópio de luz foi analisado o modo de fratura. Os maiores valores de RM foram obtidos pelos tratamentos 2 e 3, em comparação ao 1, independentemente das condições de teste. Além disso, o grupo 1 associado à termociclagem apresentou os menores valores de RM. O modo de fratura predominante foi fratura mista, seguido por fratura adesiva. Os autores concluíram que após a termociclagem, o jateamento com partículas de Al_2O_3 – 110 μm apresentou uma diminuição da RM, indicando que esse processo é fundamental para os testes de resistência de união para simular a performance de restaurações de zircônia a longo prazo em ambiente bucal.

Blatz et al.⁸ (2007) avaliaram a curto e longo prazo a RC de 4 agentes cimentantes na zircônia após diferentes tratamentos de superfície. Trezentos e vinte espécimes de zircônia Lava foram submetidos aos seguintes tratamentos: sem tratamento (NOT); jateamento com Al_2O_3 de 50 μm (SND); jateamento com Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica – Rocatec Soft (ROC); e polimento com lixa abrasiva de #600 de granulação (GRD). Além dos tratamentos de superfície, os espécimes foram divididos em 4 subgrupos de acordo com o agente cimentante: RelyX Luting (LUT); RelyX ARC com Single Bond (ARC); RelyX Unicem (UNI); e Panavia F 2.0 (PAN) com primer para cerâmica. Após a cimentação, os espécimes foram armazenados em água destilada. Dez espécimes por grupo foram armazenados por 3 dias em água destilada a 37°C (ST). Outros 10 espécimes por grupo foram avaliados após 180 dias em água destilada e termociclados por 30 dias (2000 ciclos/variando de 5°C a 60°C). O teste de resistência de RC foi realizado em uma máquina de ensaios universais. Combinações envolvendo ROC, de uma maneira geral, alcançaram os mais altos valores de RC. Os espécimes sem tratamento (NOT) obtiveram os valores mais próximos da extremidade inferior. As combinações envolvendo UNI tiveram valores de RC mais altos comparados aos outros cimentos. O armazenamento em longo prazo e termociclagem diminuíram significativamente a RC. Desse modo, os autores concluíram que o jateamento combinado com agente cimentante resinoso contendo monômeros adesivos fosfatados ou com tratamento triboquímico proporcionam uma melhor adesão à zircônia.

Oyagüe et al.³⁹ (2009) avaliaram o efeito de tratamentos de superfície na resistência de união de cimentos resinosos à zircônia. Cilindros de zircônia (Cercon, Dentsply) receberam um dos seguintes tratamentos: 1) jateamento com Al_2O_3 de 125

µm; 2) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 µm modificadas por sílica; 3) sem tratamento. Cilindros de resina composta (Tetric Evo Ceram, Ivoclar-Vivadent) foram confeccionados e cimentados nas superfícies tratadas da zircônia com um dos cimentos resinosos: 1) Calibra (DeTrey Dentsply); 2) Clearfil Esthetic Cement (Kuraray Medical); 3) RelyX Unicem (3M ESPE). A etapa de cimentação foi realizada com massa de 1 kg e durante os 5 min iniciais aguardou-se a polimerização química do cimento. Em seguida, foi realizada a fotoativação (BluePhase, Ivoclar Vivadent) em cada lado do espécime por 40 s. Os espécimes foram armazenados por 24h a 37 °C e umidade relativa de 100 %. Após o ensaio de RM (n=25/grupo), o modo de fratura foi analisado em estereomicroscópio (x40) por um único observador e classificado como coesiva, adesiva ou mista. Espécimes adicionais foram confeccionados para as análises de MEV e MFA. A resistência de união do Clearfil à zircônia foi significativamente maior que a do RelyX Unicem e Calibra, independentemente do tratamento de superfície. Nos grupos sem tratamento e naqueles silicatizados, o cimento Calibra apresentou falhas espontâneas. Os cimentos Clearfil e RelyX Unicem apresentaram maior porcentagem de fraturas mistas em relação ao Calibra. A análise de MEV evidenciou a presença de retenções micromecânicas para o jateamento com Al_2O_3 e uma discreta alteração da textura superficial após o tratamento com o sistema triboquímico. O jateamento com partículas de Al_2O_3 promoveu a maior rugosidade superficial, enquanto o grupo silicatizado apresentou valor intermediário de rugosidade. Os autores concluíram que o cimento Clearfil mostrou união mais favorável à superfície da zircônia quando comparado ao cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem e ao cimento resinoso convencional Calibra, dispensando o pré-tratamento do substrato. No entanto, os

autores comentam que estudos adicionais devem avaliar a durabilidade da união química entre zircônia/cimento resinoso.

Karakoca, Yilmaz ²⁶ (2009) avaliaram a influência do jateamento e abrasão na rugosidade superficial, mudança de fase e resistência de flexão biaxial de cerâmicas Y-TZP. Espécimes de três tipos de zircônia (Cercon –C; DentaCAD – DC; e Zirkonzahn – ZZ) foram divididos entre os seguintes grupos: 1 (grupo controle – sem tratamento); 2 (abrasão com fresa diamantada de 100 µm de granulação); e 3 (jateamento com Rocatec Plus após a abrasão). Foram realizadas análises de rugosidade superficial através de rugosímetro, DRX e RFB. No material C, a abrasão e o jateamento mostraram um aumento significativo na rugosidade superficial. No grupo DC, não houve diferença significativa na rugosidade dos grupos em relação ao controle, e o jateamento aumentou a rugosidade. Em ZZ, os tratamentos de superfície revelaram uma diminuição na rugosidade, não havendo diferença significativa entre o jateamento e a abrasão. A análise de DRX mostrou que o grupo controle do material C apresentou 100% de fase tetragonal, e a presença da fase monoclinica aumenta após os tratamentos de superfície. O tipo de cerâmica utilizada apresentou significativa influência na RFB. Considerando apenas os grupos controle, diferenças significativas foram observadas. Independentemente do material, os grupos 2 e 3 apresentaram menor RFB em comparação ao grupo controle. Desse modo, os autores concluíram que a diminuição da RFB dos grupos jateados pode indicar um enfraquecimento do material, resultando em fraturas espontâneas a longo prazo.

Takeuchi et al.⁴⁵ (2010) estudaram a combinação entre tratamentos triboquímicos e monômeros adesivos para melhorar a durabilidade de união entre cimentos resinosos e zircônia. Placas de zircônia foram polidas com lixa abrasiva de alumina de 1.0 μ m, sinterizadas e limpas em ultrassom com solução de acetona por 10 min. Três tratamentos de superfície foram realizados: 1) nenhum (NMD); 2) jateamento com Al₂O₃ de 25 μ m a 0,40 MPa; 3) jateamento com partículas de Al₂O₃ de 30 μ m revestidas por sílica (Rocatec Soft) a 0,28 MPa. A rugosidade da superfície foi analisada em rugosímetro. Para cada tratamento de superfície foi utilizado o cimento resinoso RelyX ARC (3MEPE) em associação a uma das seguintes condições: sem primer e dois primers: 1) EP (Epicord Opaque Primer; Kuraray Medical); e 2) AZ (AZ primer; Shofu). Após a cimentação, metade dos espécimes foi armazenada em água deionizada a 37 °C por 24 h, enquanto a outra metade foi termociclada por 30.000 ciclos em água deionizada entre 5 e 60 °C com tempo de imersão de 1 min. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de RC em máquina de ensaios mecânicos. A superfície dos espécimes foi analisada em MEV antes da cimentação e após o ensaio mecânico, para análise do modo de fratura. A composição química das superfícies fraturadas dos espécimes após a ciclagem térmica também foi determinada. Após 24 horas de armazenamento, o grupo controle (sem jateamento e primer) apresentou o menor valor de RC, no entanto, após o envelhecimento térmico todos os espécimes falharam espontaneamente. Independentemente do primer, o grupo jateado apresentou RC significativamente maior em relação ao grupo sem tratamento. A ciclagem térmica reduziu significativamente os valores de RC dos grupos jateado e sem tratamento. A superfície silicatizada em associação ao primer EP apresentou o maior valor de RC. O primer AZ promoveu RC estatisticamente semelhantes entre os grupos jateado e

silicatizado. No grupo silicatizado, as RC promovidas pelos primers AZ e EP não apresentaram diferenças significativas após a ciclagem térmica. A análise de MEV evidenciou a formação de retenções micromecânicas nas superfícies jateadas e a predominância de fraturas coesivas. A análise da composição química detectou a presença do elemento Si na superfície tratada com Rocatec Soft/Epicord, mas não naquela tratada com Al_2O_3 /Epicord. Dessa forma, os autores concluíram que a silicatização associada a monômeros ácidos foi um método bastante efetivo para promover uma união duradoura e estável na interface cimento resinoso/zircônia.

Jevnikar et al.²⁵ (2010) estudaram o efeito da deposição de alumina na resistência de união de um cimento resinoso à zircônia. Discos de zircônia foram confeccionados e divididos em três grupos: AS (grupo controle/sem tratamento); APA (jateamento com Al_2O_3 de 110 μm); e POL (desgaste com placas diamantadas de granulação 120 a 600, lixas de carbeto de silício de granulação 1200 a 4000, e polimento com pastas diamantadas com 6 e 3 μm de granulação). Os espécimes foram limpos em ultrassom com acetona, etanol e água deionizada por 2 min em cada solvente. Metade dos espécimes de cada grupo recebeu deposição de alumina com tamanho médio de partícula de 1,2 μm e tratamento térmico a 900 °C por 1 h (grupos AS-C, APA-C e POL-C). A morfologia de superfície desses espécimes foi observada em MEV. Discos de resina composta (Filtek Z250; 3M ESPE) foram confeccionados e cimentados sobre os discos de zircônia com o cimento resinoso RelyX Unicem (3M ESPE). Após esse procedimento, metade dos espécimes foi armazenada em água destilada a 37°C por 24 h e metade foi termociclada por 12.000 ciclos entre 5 e 55°C. O ensaio de cisalhamento foi realizado em máquina de ensaios mecânicos e o modo de fratura analisado em MEV. A deposição de alumina

apresenta uma espessura uniforme e bom recobrimento superficial, sem delaminações ou trincas, independentemente da condição da superfície previamente ao tratamento. Após o tratamento térmico, essa camada não foi removida, o que indica a formação de uma forte união com o substrato, porém sua natureza não foi estudada. Nos grupos que não receberam a deposição de alumina, o menor e maior valores de rugosidade foram observados, respectivamente, para o grupo POL e APA. Independentemente do pré-tratamento de superfície, a presença da camada de alumina aumentou significativamente a resistência de união após 24 h de armazenamento em água. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos recobertos com alumina. Nos grupos sem cobertura e termociclagem, a menor resistência de união foi apresentada pela superfície AS, enquanto as superfícies APA e POL foram estatisticamente iguais entre si. Durante a ciclagem térmica, todos os espécimes dos grupos POL e AS falharam espontaneamente, no entanto, a resistência de união do grupo APA e dos grupos recobertos com alumina não foi afetada. A fratura foi predominantemente adesiva para os grupos sem camada de alumina e mista para os grupos recobertos. Os autores relatam que a deposição da camada de alumina aumenta significativamente a RC entre cimento resinoso e zircônia.

Attia⁶, em 2011, avaliou a influência do tratamento de superfície e da termociclagem na resistência de união de três cimentos à zircônia. Espécimes de zircônia foram confeccionados e divididos de acordo com o tratamento de superfície:

- 1) jateamento com Al_2O_3 de 50 μm + limpeza em ultrassom com água destilada por 3 min;
- 2) jateamento com Al_2O_3 de 50 μm + jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica (Cojet Sand; 3MESPE) + limpeza em ultrassom com

água destilada por 3 min; 3) jateamento com Al_2O_3 de 50 μm + jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica (Cojet Sand; 3MESPE) + aplicação de silano (ESPE Sil; 3MESPE). Espécimes de resina composta (Alphadent) foram cimentados à zircônia com Ketac Cem Plus, RelyX Unicem e Multilink Automix e, após essa etapa, seccionados em microbarras. Metade dos espécimes foi armazenada em água a 37 °C por uma semana e metade foi armazenada por 30 dias e termociclada (7.500 ciclos entre 5 e 55 °C). O ensaio de RM foi realizado em máquina de ensaios mecânicos e o modo de fratura analisado em microscópio de luz. Dentre os tratamentos de superfície, a silicatização seguida da silanização promoveu o maior valor de RM, enquanto os outros tratamentos apresentaram resistências estatisticamente iguais. Em relação ao agente cimentante, o Multilink Automix e o RelyX Unicem apresentaram RM estatisticamente iguais entre si, porém significativamente maiores que o Ketac Cem Plus. O armazenamento durante 30 dias e a termociclagem reduziram significativamente a RM, com predominância de fraturas adesivas. Nos grupos armazenados por uma semana, as fraturas foram predominantemente mistas. O autor ressalta que a presença da sílica juntamente com o silano aumenta significativamente a RM à zircônia.

Akin et al.⁴ analisaram, em 2011, a RC entre cimento resinoso e zircônia após jateamento e irradiação com lasers. Espécimes de dentina foram confeccionados e armazenados em água destilada a 37°C. Discos da zircônia (Zirkonzahn GmbH) foram polidos e divididos entre os grupos: 1) sem tratamento (controle); 2) jateamento com Al_2O_3 de 120 μm ; 3) aplicação de laser Er:YAG com 10 mm de distância, $\lambda=2,94 \mu\text{m}$, 150 mJ; 4) aplicação de laser Nd:YAG em contato com a

zircônia, $\lambda=1,064 \mu\text{m}$, 80 mJ; 5) aplicação de laser Nd:YAG com 1mm de distância, $\lambda=1,064 \mu\text{m}$, 200 mJ; 6) aplicação de laser CO₂ em contato com a zircônia, $\lambda=10,60 \mu\text{m}$, 159,22 J/cm². Os discos de zircônia foram cimentados à dentina com o cimento resinoso Variolink (Ivoclar Vivadent) e armazenados em água destilada a 37 °C por 24 h. O ensaio de RC foi realizado em máquina de ensaios mecânicos e a fratura observada em estereomicroscópio com aumento de 40 x. Os grupos 3 (laser Er:YAG), 4 (laser Nd:YAG em contato) e 5 (laser Nd:YAG sem contato) apresentaram o maior valor de RC, enquanto o grupo 6 (laser CO₂) o menor. Os grupos controle e jateado promoveram valores de RC intermediários e estatisticamente iguais entre si. Com exceção dos grupos 1 e 4 que apresentaram, respectivamente, 45 % e 50 % de fratura mista, para os demais grupos a fratura foi predominantemente adesiva. Conclui-se que a irradiação com laser, com exceção do CO₂, é uma alternativa viável de tratamento para melhorar a união à zircônia.

Doi et al.²⁰ (2011) analisaram a influência de pré-tratamentos na zircônia como o jateamento e/ou tratamento térmico na RFB da zircônia e a resistência a iniciação de trincas/descolamento da porcelana de cobertura. Sessenta e quatro espécimes de zircônia foram divididos entre os seguintes tratamentos: controle (sem tratamento); jateamento com Al₂O₃ de 50 μm (SB); tratamento térmico a 1000°C por 10 min (com um aumento de 50°C a 60°C/min e depois resfriamento lento até a temperatura ambiente) (HT); e tratamento térmico após jateamento (HT após SB). Em uma máquina de ensaios universal foi realizada o teste de RFB. Após essa análise, foi feito o teste de resistência à iniciação de trinca/descolamento. Para essa última análise, uma camada de porcelana de cobertura foi aplicada nos espécimes e, após essa aplicação, os espécimes foram aquecidos a vácuo. Os espécimes

foram armazenados em água destilada por 24 h e então, realizada a análise em máquina de ensaios universal. Também foram realizados os testes de DRX e MEV. O modo de fratura foi observado através de um estereomicroscópio com x 35 de aumento. Não houve diferença significativa na RFB entre os quatro tratamentos. Maior quantidade de fase monoclinica foi encontrada nos espécimes após o jateamento. Não foi encontrada fase monoclinica em HT e HT após SB, e esses dois grupos apresentaram maior resistência à iniciação de trincas/descolamento em relação aos outros grupos. Todos os espécimes fraturaram dentro da porcelana de cobertura. Sendo assim, os autores concluíram que o pré-tratamento de zircônia com HT após SB antes da queima da porcelana de cobertura não afeta a resistência à iniciação de trincas/descolamento da zircônia.

A análise de RC de vários agentes cimentantes à zircônia jateada e da energia de superfície foi realizada por Kim et al.³¹ (2011). Trinta e dois espécimes de zircônia (Lava 3M-ESPE) foram jateados com Al_2O_3 de 110 μm e divididos de acordo com os agentes cimentantes, os quais foram: dois cimentos de ionômero de vidro convencionais (GICs) (Fuji I - FI; e Ketac Cem - KC); dois cimentos de ionômero de vidro modificado por resina (RMGICs) (Fuji Plus - FP; e RelyX Luting - RL); dois cimentos compômeros (Principle - PR; e Ionotite F - IT); um cimento resinoso adesivo (Panavia F - PV) e um cimento resinoso auto adesivo (RelyX Unicem - UC). As superfícies de zircônia jateada foram analisadas por um microscópio ótico com aumento de x 100 e x 500. Os espécimes foram cimentados e armazenados em água destilada a 37°C por 48h. Metade deles foram termociclados entre 5°C e 55°C em um total de 10.000 ciclos. O teste de RC foi realizado através de uma máquina de ensaios mecânicos universal, e após esse procedimento, os espécimes foram

novamente analisados em um microscópio ótico, a fim de se identificar o modo de fratura: adesiva – A (na interface cerâmica-cimento); coesiva – C (fratura coesiva no cimento) e a combinação dessas duas fraturas – AC. A rugosidade de superfície foi analisada através de rugosímetro, e os parâmetros para se obter a energia superficial, através dos valores dos ângulos de contato. PV e PR obtiveram os mais altos valores de RC em relação aos outros cimentos, com mudanças não significativas após a termociclagem. FI, KC e IT obtiveram valores próximos a zero após a termociclagem. Todos os espécimes apresentaram fratura adesiva. Os valores da média da rugosidade ficaram entre 0,104 e 0,167 μm , e os autores relataram que os componentes de base dos agentes cimentantes afetam significativamente a RC. Os autores concluíram que é importante considerar os parâmetros de energia de superfície dos agentes cimentantes na sua avaliação das propriedades adesivas com a zircônia.

Casucci et al.¹² (2011) avaliaram o efeito de tratamentos de superfície da zircônia na RM com um cimento resinoso. Discos de zircônia foram polidos com lixas abrasivas de granulações 600, 1000, 1200 e 2000, por tecido de *nylon* e pasta diamantada de granulação 0,50 μm . Os espécimes foram limpos em ultrassom com água deionizada por 5 min e divididos em quatro grupos: 1) técnica de infiltração seletiva (SIE): os espécimes foram revestidos por uma camada fina de agente infiltrante contendo vidro e aditivos; 2) solução experimental: aplicação de solução ácida contendo HCl e Fe_2Cl_3 em metanol aquecida a 100 °C; 3) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 125 μm ; 4) sem tratamento. Os espécimes foram lavados em água da torneira por 1 min e limpos em ultrassom com água deionizada por 30 min. Discos de resina composta (Paradigm MZ100; 3M ESPE) foram confeccionados e

cimentados nas superfícies tratadas com cimento resinoso dual (Calibra; DENTSPLY). O ensaio de RM foi realizado em máquina de ensaios mecânicos e o modo de fratura foi observado em estereomicroscópio com aumento de 40 x. As técnicas de infiltração seletiva e solução ácida aquecida apresentaram os maiores valores de RM. O jateamento promoveu resistências intermediárias e o grupo controle os menores valores. Os grupos de infiltração seletiva e solução ácida apresentaram predominância de fratura mista, enquanto os grupos controle e jateado apresentaram, em sua maior parte, fratura adesiva. Conclui-se que os procedimentos químicos, como a infiltração seletiva e a solução ácida são métodos eficazes para aumentar a RM entre cimento resinoso e zircônia.

O efeito do momento do jateamento da zircônia na sua resistência de união a cimentos resinosos foi estudado por Moon et al.³⁸ em 2011. Cilindros de zircônia foram inicialmente divididos em 3 grupos: 1) NS (controle); 2) SAS (jateamento prévio a sinterização); 3) SBS (jateamento após a sinterização). O jateamento prévio a sinterização foi realizado com partículas de Al_2O_3 de 70 μm , enquanto para aquele realizado após a sinterização utilizou-se partículas de 50 μm . Após esse procedimento, foi realizada a análise de DRX e a etapa de cimentação com um dos seguintes cimentos resinosos: 1) Clearfil SA; 2) Zirconite; 3) RelyX Unicem; 4) Superbond C&B/primer Porcelain Liner M; 5) Multilink/primer para metal/zircônia. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de RC. Foram realizadas também a análise de MEV e EDS. A análise de DRX mostrou 100% de fase tetragonal para o grupo SAS e transformação para a fase monoclinica no grupo SBS. Os cimentos Superbond C&B e Multilink apresentaram, respectivamente, a maior e menor RC, independentemente da condição de tratamento de superfície. A análise de MEV

mostrou que o jateamento aumenta a rugosidade superficial da zircônia, sendo esse efeito ainda mais evidente quando a zircônia é jateada previamente à sinterização. Na análise de EDS, foi observado que o grupo SAS/Multilink apresentou uma textura superficial rugosa com falhas coesivas do cimento resinoso. Portanto, pode-se concluir que o jateamento da zircônia pré-sinterizada apresenta vantagens como o maior conteúdo de fase tetragonal, o que favorece suas propriedades mecânicas.

Monaco et al.³⁶ (2011) avaliaram quatro condições experimentais de tratamento de superfície para aumentar a resistência de união entre um cimento resinoso e a zircônia. Cinquenta discos de zircônia (Lava 3M ESPE) foram confeccionados e incluídos sem polimetacrilato de metila utilizando moldes de polietileno, de forma que uma das superfícies do disco permanecesse exposta. Os espécimes foram limpos em ultrassom com álcool etílico 95% por 10 minutos e divididos entre os tratamentos: 1) sem tratamento (controle); 2) jateamento (10 mm, 15 s, 2 bar) com partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Cojet Sand) previamente à sinterização da zircônia; 3) jateamento (15 mm, 15 s, 4 bar) com partículas de Al_2O_3 de 50 μm previamente à sinterização da zircônia; 4) jateamento (20 mm, 15 s, 4 bar) com partículas de Al_2O_3 de 110 μm previamente à sinterização da zircônia; e 5) jateamento (10 mm, 20 s, 4 bar) com partículas de Al_2O_3 de 50 μm após a sinterização da zircônia. Após o jateamento, foi aplicado silano (Espe-Sil, 3M ESPE) nas superfícies tratadas, e os discos foram cimentados com o cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem. Os espécimes foram armazenados durante 24 h em água destilada a 37°C e, após o armazenamento, foi realizado o ensaio de RC. O modo de fratura foi analisado em estereomicroscópio (x200). Os autores observaram igualdade estatística entre as resistências de união dos grupos 3 e 4, os

quais obtiveram médias significativamente maiores que as dos grupos 1 e 2, os quais foram estatisticamente semelhantes entre si. O grupo 5 apresentou valores intermediários de resistência de união. Todos os grupos apresentaram predominância de falha adesiva. Pôde-se concluir que o jateamento com partículas de Al_2O_3 convencionais, previamente à sinterização da zircônia, promoveu um aumento significativo na RC.

Cattani-Lorente¹³ (2011) avaliaram a degradação em baixas temperaturas (LTD – *low temperature degradation*) de uma cerâmica Y-TZP. Para esse estudo, cinco espécimes de zircônia foram submetidos à degradação hidrotérmica por via de exposição de vapor de água in vitro a 140°C por 7 dias. Análises de caracterização da transformação de fase (t→m) foram feitas através de DRX, MFA e MEV. Além disso, foram realizadas análises das propriedades mecânicas da superfície através de NHT (nanoindentation testing), que é um método aplicável para medições de propriedades mecânicas com função de profundidade de penetração com ciclo de carga única, e através da dureza (H). A análise de DRX mostrou que a aplicação de LTD resultou em uma notável transformação de fase (t→m). MFA revelou que os contornos dos grãos ficaram claramente visíveis. Os grãos foram equiaxiais em forma e apresentaram uma superfície regular, sem nenhuma textura aparente. A análise de MEV mostrou uma orientação cristalográfica da fase monoclinica. LTD teve um efeito notável na resposta de penetração de carga. Além disso, para cargas semelhantes, uma maior penetração foi observada após o envelhecimento hidrotérmico. Uma diminuição significativa da dureza foi observada após LTD. Sendo assim, conclui-se que o surgimento da fase monoclinica associada às microtrincas são as principais causas de degradação das propriedades mecânicas.

O efeito do jateamento na resistência de união de um cimento resinoso adesivo à zircônia foi estudado por Kulunk et al.³³ (2011). Espécimes de zircônia foram confeccionados, polidos com lixa abrasiva (granulação 1200), limpos em ultrassom com etanol e também com água deionizada por 3 min e divididos em seis grupos: 1) controle (sem tratamento); 2) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Cojet Sand); 3) jateamento com partículas de diamante sintético de 1-3 μm ; 4) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm ; 5) jateamento com partículas de diamante sintético de 30-50 μm ; 6) jateamento com partículas de nitreto cúbico de boro de 60-80 μm . Os espécimes foram limpos em ultrassom com etanol e água deionizada por 3 min e secos com ar. Discos de resina composta (Filtek Z250; 3M ESPE) foram cimentados nas superfícies das zircônias com o cimento resinoso adesivo Panavia F 2.0 (Kuraray). O ensaio de RC foi realizado em máquina de ensaios mecânicos e o modo de fratura foi observado visualmente. A avaliação do efeito do jateamento na morfologia da superfície foi realizada em MEV com aumento de 250 x. Os resultados mostraram que a RC foi influenciada pela característica e tamanho da partícula utilizada no jateamento. Os grupos 4, 5 e 6 apresentaram a maior RC, enquanto o grupo controle a menor. Os grupos 2 e 3 promoveram RC estatisticamente iguais entre si e intermediárias às demais condições de jateamento. Os grupos jateados apresentaram predominância de fraturas mistas e adesivas, enquanto no grupo controle as fraturas foram 100% adesiva. As imagens de MEV mostraram que o jateamento modificou a topografia de superfície, com aumento das irregularidades. Os grupos 4, 5 e 6 apresentaram uma superfície mais irregular e rugosa, o que favoreceu a sua maior RC.

Thompson et al.⁴⁶ (2011) publicaram uma revisão de literatura sobre as abordagens atuais relacionadas à adesão e cimentação de zircônias. Os autores destacam que para estabelecer uma união forte entre a zircônia e os materiais resinosos, é necessário que ocorra uma união química e micromecânica na interface zircônia/cimento. Dentre os tratamentos de superfície para criar rugosidade na zircônia, destacam-se: 1) asperização (ex: lixas abrasivas); 2) desgaste superficial com instrumentos rotatórios diamantados; 3) jateamento com partículas de Al_2O_3 ; 4) ataque ácido (geralmente HF); e 5) combinação de técnicas. Os autores destacam que a superfície de zircônia jateada com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (sistema triboquímico) favorece a união química com o silano (porção silico funcional), e deste (porção orgânico funcional) com a matriz orgânica do cimento resinoso. O silano também pode promover um molhamento de superfície, melhorando o potencial de retenção micromecânica de um cimento resinoso de baixa viscosidade. Estudos mostram que a silicatização e silanização superficiais aumentam significativamente a resistência de união entre o substrato tratado e o cimento resinoso. Os autores comentam que a retenção da restauração na estrutura dental e um efetivo selamento marginal são dependentes da capacidade de união do agente cimentante à superfície da zircônia. A resistência de união entre porcelanas de revestimento e zircônia tem se mostrado satisfatória para sua aplicabilidade clínica. Embora a ciência e a tecnologia aplicadas às questões de adesão/cimentação tenham aumentado, ainda há muito a ser avaliado para que se tenha um comportamento clínico previsível.

Fazi et al.²¹ (2012) avaliaram a influência do jateamento na zircônia, antes e após a sua sinterização, na RM com compósito resinoso. Discos de zircônia foram

divididos em três grupos de acordo com o tratamento de superfície e momento do jateamento: 1) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 120 μm antes da sinterização da zircônia; 2) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 120 μm após a sinterização da zircônia; e 3) sem tratamento (grupo controle). O agente de união MDP, silano e um compósito resinoso foram aplicados em todas as superfícies. Após isso, foi realizado o teste de RM e o modo de fratura foi observado através de um microscópio ótico e através de MEV. Não houve diferença estatística significativa na RM entre os grupos jateados (1 e 2), e ambos apresentaram maiores valores em relação ao grupo controle. O modo de fratura predominante foi interfacial. Os autores concluíram que a aplicação do MDP e silano resultou em uma adequada união do compósito resinoso à superfície de zircônia jateada. O jateamento realizado antes ou após a sinterização da zircônia não afetou a RM. Os valores de RM obtidos sugerem uma possível aplicação de compósitos resinosos indiretos como materiais de cobertura para restaurações em zircônia.

Subasi, Inan⁴³ avaliaram em 2012, a influência do tratamento de superfície e do cimento resinoso na união à zircônia. Placas de zircônia foram confeccionadas, polidas e divididas nas seguintes condições: 1) grupo controle (sem tratamento); 2) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm ; 3) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Cojet Sand); 4) tratamento com laser Er:YAG (2,940 nm, 400 mJ, 10 Hz); 5) jateamento com Al_2O_3 de 110 μm + aplicação de laser Er:YAG. Os espécimes foram limpos em ultrassom com acetona 99 % por 5 min e em água destilada por 5 min adicionais. A avaliação da rugosidade foi feita em rugosímetro, e as análises de MFA e MEV foram realizadas para uma observação qualitativa das mudanças morfológicas na superfície da zircônia após os

tratamentos. Em seguida, os espécimes foram divididos em 3 subgrupos de acordo com o cimento resinoso: a) RelyX U100 (3MESPE); b) Clearfil Esthetic Cement (Kuraray); c) Panavia F (Kuraray). Após a cimentação, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h, termociclados em máquina de ciclos térmicos durante 6.000 ciclos entre 5 e 55 °C e submetidos ao ensaio de RC. O modo de fratura foi analisado em estereomicroscópio (10 x) e classificado em adesiva, coesiva ou mista. As superfícies tratadas foram significativamente mais rugosas que o grupo controle. No entanto, não houve diferença significativa entre o jateamento com Al₂O₃ e o jateamento com Al₂O₃ + laser ou entre o grupo silicatizado e o grupo tratado com laser. O grupo controle e o grupo tratado com laser apresentaram topografias de superfície semelhantes entre si e mais lisas que os demais grupos, os quais mostraram alterações na textura superficial com a formação de retenções micromecânicas. O cimento e o tratamento de superfície afetaram significativamente a RC. Independentemente do tratamento de superfície, o Panavia F apresentou RC significativamente maior que o RelyX U100. Nos grupos cimentados com RelyX U100, o jateamento com Al₂O₃ e o tratamento com laser apresentaram, respectivamente, a maior e menor RC. Para o Clearfil, todos os grupos foram estatisticamente semelhantes entre si, com exceção do grupo jateado + laser, o qual apresentou o maior valor de RC. Nos grupos cimentados com Panavia F, as condições em que utilizou-se o jateamento promoveram RC significativamente maiores em relação aos grupos controle e tratados com laser. O grupo tratado com laser apresentou predominância de falha adesiva, enquanto os demais tratamentos apresentaram falha mista. Concluiu-se que o jateamento com alumina, o tratamento triboquímico, o laser e o jateamento com alumina + laser podem promover mudanças na textura superficial e são indicados previamente à

cimentação. A seleção do cimento foi um fator mais decisivo na determinação da RC que o tratamento de superfície, sendo os cimentos que contém monômeros adesivos como o MDP adequados para a cimentação da zircônia.

Watanabe et al.⁴⁹ (2012) caracterizaram as mudanças nas propriedades de superfície da zircônia e a fixação inicial de células osteoblásticas após tratamento hidrofílico. Espécimes de zircônia foram jateados com Al_2O_3 de 150 μm e submetidos à aplicação de ácido hidrófluorídrico (46%) por 15 min. Após esses procedimentos, eles foram divididos em quatro grupos: controle – armazenados em ar por 2 semanas (Air); armazenamento em água destilada (Blastc/Etch); tratamento com oxigênio-plasma por 10 min (O_2 -Plasma); e tratamento com radiação ultravioleta por 2 h (UV). Foram realizadas análises de molhamento, através do ângulo de contato, EDS, habilidade de fixação celular e morfologia celular. Espécimes com O_2 -Plasma e UV mostraram superhidrofilicidade. Tratamentos hidrofílicos melhoraram a fixação inicial de células osteoblásticas e modificaram sua morfologia. Os autores concluíram que Blast/Etch, O_2 -Plasma ou tratamento com UV apresentam potencial para obtenção e manutenção de superhidrofilicidade e aumento da fixação celular. Além disso, os autores ressaltam que o molhamento de superfície deve ser considerado na criação de novos biomateriais, especialmente com relação aos implantes ortopédicos.

Chen et al.¹⁶ (2012) avaliaram o efeito do da deposição de sílica e diferentes agentes de união na RM entre zircônia e um cimento resinoso adesivo. Discos confeccionados com a zircônia Cercon permaneceram sem tratamento (grupo

controle) ou foram submetidos à deposição experimental de sílica por aquecimento. Em ambos os grupos, um dos seguintes agentes de união foram utilizados: a) nenhum; b) primer contendo MDP (ED Primer II; Kuraray Medical Inc.); c) silano (RelyX Ceramic Primer; 3MESPE). Discos de resina composta (Filtek Z250; 3M ESPE) foram cimentados sobre os discos de zircônia com o cimento resinoso Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc.). Após a cimentação, os espécimes foram seccionados em microbarras (1,0 x 1,0 mm) e armazenados em água a 37°C por 24 h ou 30 dias previamente ao ensaio de RM. Posteriormente, foi analisado o modo de fratura em MEV. Após 24 h de armazenamento, a deposição de sílica associada ao silano mostrou RM significativamente maior em relação à zircônia somente silanizada. A utilização do primer com MDP na superfície silicatizada apresentou valores de RM significativamente menores em comparação à zircônia somente tratada com esse primer. Após 30 dias de armazenamento, todos os grupos silicatizados apresentaram resistências adesivas significativamente maiores que àquelas dos grupos controles. A análise de MEV mostrou que após 30 dias de armazenamento o grupo controle apresentou falhas predominantemente adesivas ao invés de coesivas e mistas. O grupo silicatizado manteve o padrão de falha mista ou coesiva. Os autores concluíram que a durabilidade de união de cimento resinoso à zircônia depende de um tratamento de superfície prévio, sendo a deposição de sílica e silano uma associação eficaz para tal finalidade.

Hallmann et al.²⁴ (2012) estudaram a caracterização superficial de uma cerâmica Y-TZP após o jateamento. Quarenta e quatro discos de zircônia foram divididos entre os seguintes tratamentos: (a) grupo controle (sem tratamento); (b) jateamento com Al₂O₃ de 50 µm; (c) jateamento com Al₂O₃ de 110 µm; (d)

jateamento com Rocatec Soft; (e) jateamento com Rocatec Plus; (f) jateamento com Al_2O_3 de 110 μm seguido por Rocatec Plus. A caracterização superficial da superfície da zircônia foi analisada através de EDS, MEV e DRX. Os resultados revelaram o desaparecimento dos contornos dos grãos da zircônia após o jateamento. Também foram observadas partículas abrasivas encrostadas, microtrincas, deformação plástica, detritos e cavidades e partículas dissolvidas. A transformação de fase (t→m) foi observada em todos os espécimes jateados, sendo que a maior transformação ocorreu nos espécimes jateados com Al_2O_3 de 110 μm . Os autores concluíram que a melhor superfície foi obtida pelo jateamento com Al_2O_3 de 110 μm seguido por Rocatec Plus. A proporção da transformação de fase foi dependente do tamanho de partícula utilizada.

Valverde et al.⁴⁸ (2013) analisaram a caracterização superficial e a união da zircônia após o tratamento com NTP (*non-thermal plasma*). O NTP consiste em um gás parcialmente ionizado que promove a ativação de algumas substâncias, como O_3 , OH, H_2O_2 , NO. Essas substâncias se transformam em grupos funcionais na superfície de diferentes materiais, tornando-as ativas, sem prejudicar suas propriedades. Para esse estudo, 24 discos de zircônia foram divididos em 4 grupos: B (controle – sem tratamento); SB (jateamento); MDP (aplicação de monômero fosfatado); e SBMDP (jateamento + aplicação de monômero fosfatado). O jateamento foi realizado com partículas de Al_2O_3 de 50 μm , e o monômero fosfatado utilizado foi o Clearfil ceramic primer. Metade dos espécimes de cada grupo recebeu o tratamento adicional com NTP: BP; SBP, MDPP; e SBMDPP. Análises de rugosidade superficial (somente grupo SB e B), energia de superfície e EDS foram realizadas. Após esses procedimentos, os espécimes foram cimentados com um

cimento resinoso auto adesivo (RelyX Unicem) e, após a cimentação, foram feitas as análises de RM e a análise da fratura. A rugosidade superficial foi maior em SB comparado ao B. Da mesma maneira, a energia de superfície foi menor nos grupos sem tratamentos (B) comparados aos grupos jateados (SB). A análise de EDS mostrou aumento em oxigênio e diminuição em carbono após NTP. Os valores de RM nos grupos que receberam NTP (BP, SBP, MDPP e SBMDPP) foram significativamente maiores em relação aos que não receberam. O modo de fratura predominante foi a fratura mista. Os autores concluíram que a aplicação de NTP aumenta os valores de RM.

Monaco et al.³⁷ (2013) avaliaram as mudanças microestruturais produzidas pelo jateamento na zircônia antes e após sua sinterização. Cinquenta e seis espécimes foram divididos nos seguintes grupos: A (controle) – sem tratamento; B-C-D com jateamento antes da sinterização da zircônia (com partículas de Al_2O_3 de 110 μm , 50 μm e Rocatec Soft, respectivamente); e E-F-G com jateamento após a sinterização da zircônia com as mesmas partículas descritas anteriormente. A análise de fração de fase foi realizada através de EDS. Também foram realizadas as análises de dureza, tenacidade de fratura, MEV e rugosidade de superfície. Todas as superfícies dos grupos jateados foram mais rugosas em relação ao controle. B e D apresentaram maiores rugosidades em relação ao E e G. A rugosidade superficial aumentou de acordo com o tamanho da partícula utilizada em todos os grupos jateados. Os grupos controle, B e D apresentaram 100% de fase tetragonal, pois a sinterização permitiu a transformação da fase monoclinica que existia nesses espécimes. Já, no jateamento realizado após a sinterização da zircônia, foram detectados picos de fase monoclinica. Várias trincas foram observadas quando a

resistência intrínseca do material foi superada, e a ramificação dessas trincas causou o aparecimento da fase monoclínica. Os autores concluíram que o jateamento antes da sinterização da zircônia promove maior rugosidade de superfície, e a sinterização após esse procedimento faz com que a fase monoclínica seja anulada.

Swain⁴⁴ (2013) realizou uma revisão de literatura, na qual estudou o impacto dos fluidos orais, como a transformação de fase e a degradação da resistência mecânica nas cerâmicas dentais. Em cerâmicas Y-TZP, uma camada de barreira térmica resulta na exposição de altas temperaturas resultando na possível transformação de fase tetragonal (t) para monoclínica (m) no resfriamento e assim, pode prejudicar a vida útil do material. A degradação em baixas temperaturas (LTP – *low temperature degradation*) é considerada como um fator que pode contribuir para a fratura espontânea. Para ocorrer a fratura espontânea de um espécime de cerâmica Y-TZP devido ao LTD, o estresse interno deve exceder a resistência de tração desse material em temperaturas consideradas. Em cerâmicas Y-TZP como a zircônia, as propriedades mecânicas são extremamente dependentes da temperatura, sendo assim, a maior preocupação com relação a esses materiais é o LTD. Até o momento não existem dados clínicos disponíveis para saber o até que ponto isso se torna crítico. Nessa revisão, evidências de fraturas espontâneas de cerâmica Y-TZP foram relatadas, juntamente com uma simples análise desse fenômeno, indicando um efeito do tamanho da amostra, que é um ponto crítico para estruturas clínicas como as margens de coroa e pilares de implantes.

PROPOSIÇÃO

PROPOSIÇÃO

O objetivo desse estudo foi investigar o efeito da partícula e do momento do jateamento na resistência de união ao cisalhamento da zircônia com cimento resinoso, assim como a composição, morfologia, rugosidade e molhamento de superfície da zircônia. A hipótese nula foi de que a partícula e o momento do jateamento não influenciariam a rugosidade superficial e o molhamento, bem como a resistência de união ao cisalhamento na interface zircônia/cimento resinoso.

MATERIAL E MÉTODO

MATERIAL E MÉTODO

Preparação dos espécimes de zircônia

Os materiais avaliados nesse estudo estão descritos na Tabela 1.

Os espécimes (N=132) para o teste de resistência de união ao cisalhamento foram obtidos por usinagem de blocos de zircônia pré-sinterizados (Lava; 3M ESPE AG, Seefeld, Germany) em cilindros (6,25 mm de diâmetro × 30 mm de comprimento), os quais foram seccionados em discos de 2,5 mm de espessura em uma cortadeira de precisão (Isomet 1000; Buehler Ltd, Lake Bluff, Ill), utilizando água resfriada e disco diamantado (Diamond Wafering Blade, Series 15LC Diamond nº 11-4276; Buehler Ltd, Lake Bluff, Ill).

Após lavagem com água corrente para remover detritos provenientes do corte, os espécimes receberam acabamento com pontas para polimento de cerâmica (Exa Cerapol 0361HP; Edenta AG, Au, Switzerland) com peça de mão em baixa velocidade. Todas as superfícies de união foram padronizadas com lixas abrasivas de carboneto de silício com granulações 600 e 1200 em condições de umidade.

Tabela 1 - Materiais avaliados*.

Material	Composição	Fabricante
partículas de Al ₂ O ₃ (50 µm)	Al ₂ O ₃ >99%	Bio-Art Equip Odontol Ltda (São Carlos, SP, Brazil)
partículas de Al ₂ O ₃ (120 µm)	Al ₂ O ₃ >99%	Bio-Art Equip Odontol Ltda (São Carlos, SP, Brazil)
Rocatec Soft (30 µm)	Óxido de alumínio>97% sílica amorfa<3%	3M ESPE AG, Seefeld, Germany
Rocatec Plus (110 µm)	Óxido de alumínio>95% sílica amorfa 1-5%	3M ESPE AG, Seefeld, Germany
RelyX Ceramic Primer	MPS**, etanol, água	3M ESPE, St. Paul, Minn
RelyX ARC	Bis-GMA**, TEGDMA**, silanated zirconia/silica filler	3M ESPE, St. Paul, Minn
Filtek Z350XT	Bis-GMA, UDMA**, TEGDMA, Bis-EMA(6)**, zirconia/silica filler	3M ESPE, St. Paul, Minn

*Composição conforme informações dos fabricantes.

**MPS: 3-methacryloyloxypropyl trimethoxysilane; Bis-GMA: bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate; TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate; UDMA: urethane dimethacrylate; Bis-EMA(6): bisphenol A polyethylene glycol diether dimethacrylate

Jateamento e sinterização da zircônia

Os espécimes foram alocados aleatoriamente em quatro grupos de acordo com as partículas empregadas no jateamento: partículas de Al_2O_3 com 50 μm ; partículas de Al_2O_3 com 120 μm ; partículas de Al_2O_3 com 30 μm revestidas por sílica (Rocatec Soft); e partículas de Al_2O_3 com 110 μm revestidas por sílica (Rocatec Plus). O jateamento foi realizado em três momentos diferentes: após a sinterização da zircônia (PÓS) (grupo controle), previamente a sinterização da zircônia (PRÉ), antes e após a sinterização da zircônia (PP).

O processo de sinterização foi realizado em um forno específico (Lava Furnace 200; Dekema Dental-Keramiköfen GmbH, Freilassing, Germany) de acordo com as instruções do fabricante (taxa de aquecimento = 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$: 0 $^\circ\text{C}$ -1000 $^\circ\text{C}$; 10 $^\circ\text{C}/\text{min}$: 1000 $^\circ\text{C}$ -1500 $^\circ\text{C}$; tempo de espera = 2 h e taxa de resfriamento = 15 $^\circ\text{C}/\text{min}$: 1500 $^\circ\text{C}$ -800 $^\circ\text{C}$; 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$: 800 $^\circ\text{C}$ -250 $^\circ\text{C}$ – o forno foi aberto em 250 $^\circ\text{C}$). As dimensões dos espécimes após a sinterização foram 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de espessura. Para as análises de rugosidade superficial e molhamento, as dimensões foram: 17,30 mm x 17,30 mm x 1,70 mm de espessura e para MEV/EDS: 7,5 mm x 7,5 mm x 1,3 mm de espessura.

O jateamento dos discos de zircônia foi realizado com o auxílio de um dispositivo de padronização de 10 mm de distância entre a superfície da zircônia e a ponta do jateador (Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Germany)⁶ (Figura 1). Os espécimes foram jateados durante 15 s⁶ com pressão de 0,05 MPa e 0,28 MPa para o jateamento antes e após a sinterização, respectivamente. Todos os espécimes foram limpos em ultrassom com isopropanol 99% por 3 min⁶, e deixados secar a temperatura ambiente durante 24 h.

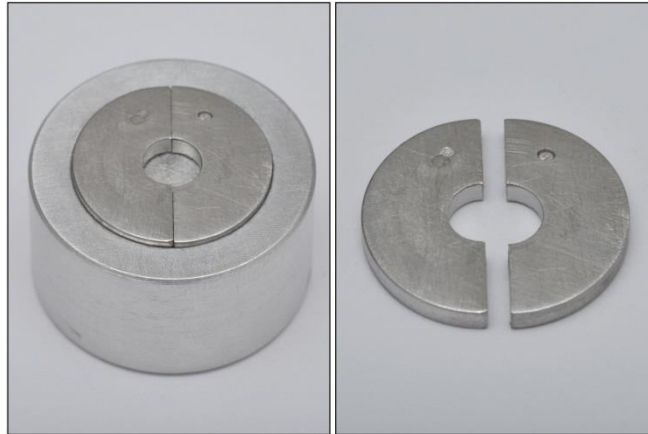
Figura 1 - Dispositivos para padronização do jateamento



Procedimento de cimentação

Cento e trinta e dois discos de resina composta (Filtek Z350 XT; 3M ESPE, St. Paul, Minn, USA), com as mesmas dimensões dos discos de zircônia sinterizados, foram obtidos utilizando-se uma matriz metálica bipartida (5,0 mm de diâmetro interno e 2,0 mm de espessura) (Figura 2). A foto ativação (Radii-Cal light-curing unit; SDI Ltd., Bayswater, Australia) foi realizada por 40 s no topo da superfície e nos dois lados equidistantes do disco de resina (total de 120 s⁸) com intensidade de 800 mW/cm². Os lados opostos dos discos de resina foram foto ativados após a matriz metálica ter sido removida. O silano RelyX Ceramic Primer foi aplicado nas superfícies de zircônia jateadas com o uso de pincel descartável por 20 s e deixados secar a temperatura ambiente por 60 s.

Figura 2 - Matriz metálica bipartida para confecção dos discos de resina



Após isso, os discos de zircônia foram posicionados precisamente em um dispositivo de alinhamento com a superfície tratada voltada para cima (Figura 3). O cimento resinoso RelyX ARC de cura dual foi proporcionado por peso (0,010 g de cada pasta) e manipulados com uma espátula plástica durante 10 s. O cimento foi colocado na superfície inferior do disco de resina, o qual foi posicionado sobre o espécime de zircônia. O excesso de cimento foi removido com um pincel descartável e uma carga de 1.000 g foi aplicada no topo do disco de resina por 5 min^{12,39} (Figura 4). Os espécimes cimentados foram foto ativados em três diferentes posições equidistantes por 40 s^{12,39} (120°, 240° e 360°) na linha de cimentação, sob as mesmas condições de foto ativação dos discos de resina composta.

Figura 3 - Dispositivo de alinhamento para cimentação do disco de resina ao disco de zircônia



Figura 4 - Dispositivo para alinhamento da cimentação com carga de 1000 g.

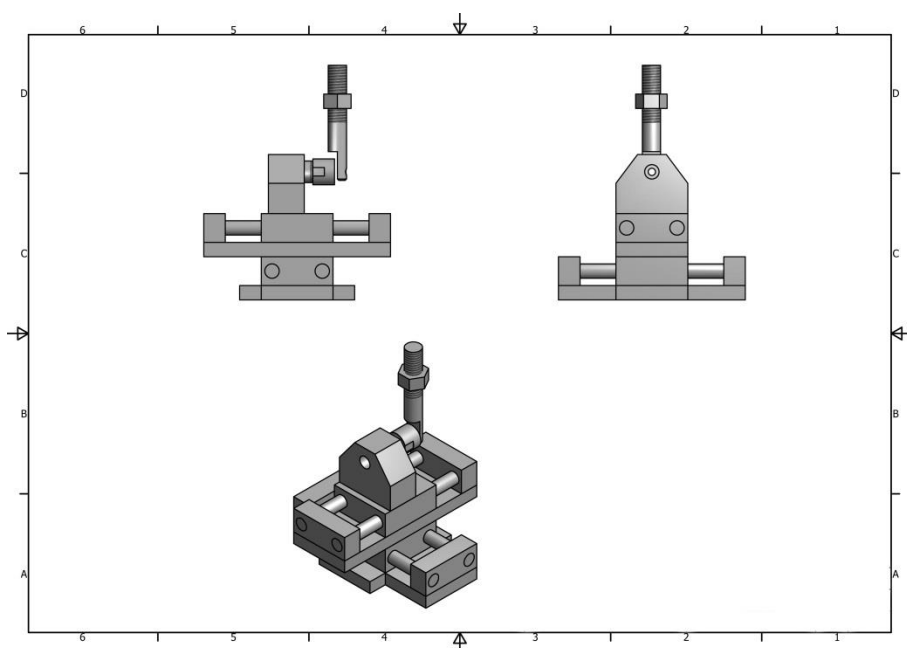


Após a cimentação, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h e então, termociclados entre 5°C e 55°C durante 10.000 ciclos, com um tempo de imersão de 30 s em cada temperatura, e um tempo de transferência de 5 s de uma cuba para outra. Após a termociclagem, os espécimes foram armazenados novamente em água destilada a 37°C durante 24 h.

Teste de resistência de união ao cisalhamento (RC)

Um dispositivo foi anexado a máquina de testes mecânicos (EMIC DL2000; EMIC Equipment and Systems Testing Ltd, São José dos Pinhais, PR, Brazil) fornecendo uma célula de carga de 1 kN (Figura 5). Os discos cimentados foram sujeitos a uma força de tração uniaxial na interface adesiva em uma constante velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer sua fratura. Os valores de resistência de união ao cisalhamento foram registrados em MPa.

Figura 5 - Dispositivo utilizado para o teste resistência de união ao cisalhamento



Análise estatística

A análise estatística foi realizada utilizando-se o programa IBM SPSS Statistics (version 20; Statistical Package for Statistical Science Inc, Chicago, Ill, USA). Os dados foram analisados através da análise de variância 2 fatores (ANOVA) para testar a variedade de partícula (variável independente), e o momento do jateamento (variável independente) na resistência de união ao cisalhamento (variável dependente) dos discos cimentados. O pós teste de Tukey (Tukey Honestly Significant Difference –HSD / $\alpha=0.05$) foi aplicado para determinar as diferenças entre as médias.

Análise de fratura

Um único observador calibrado examinou os espécimes fraturados em um estereomicroscópio (M80; Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Switzerland) com x20 de ampliação.

De acordo com o modo de fratura predominante em cada quadrante da superfície da zircônia, a fratura foi classificada em: adesiva (toda a superfície da zircônia estava visível); coesiva na camada de cimento ou na resina composta (quase toda superfície da fratura estava coberta por cimento ou resina composta); ou mista (combinação de adesiva e coesiva).

Para ilustrar os modos de fratura de cada grupo experimental, dois discos fraturados de cada grupo foram analisados em microscópio eletrônico de varredura (SEM – JSM-7500F; JEOL Ltd., Peabody, MA, EUA), operando com x17 de aumento e voltagem de aceleração de 12.0 kV.

ANÁLISES COMPLEMENTARES

Rugosidade

Dez medições de rugosidade (R_a - μm) de cada superfície jateada ($N=120$) foram realizadas em rugosímetro (Mitutoyo SJ 400, Mitutoyo Corporation, Japan) equipado com ponta diamantada em 0.5 mm/s. A resolução foi 0,01 mm, cut-off (λ_c) 0.8 mm e lente transversal 2,4 mm.

Três medidas paralelas equidistantes foram realizadas perpendicularmente ao sentido do jateamento em diferentes áreas do espécime. A média das leituras foi designada como o valor de R_a de cada espécime. Um único operador calibrado (coeficiente de correlação intraclass - CCI = 0,79) registrou todas as medições.

Ângulo de Contato

Ângulo de contato é definido como o ângulo da intersecção de um plano tangente à gota e ao plano que contém a interface substrato-líquido.

O molhamento da superfície de zircônia pelo silano RelyX Ceramic Primer (líquido testado) foi caracterizado pela média dos ângulos de contato entre o silano e a superfície de zircônia jateada. Um goniômetro automatizado (Ramé-Hart, 200-00) incluindo uma câmera CCD registrava a imagem da gota do líquido colocada na superfície através de uma micro seringa, enquanto um software de processamento de imagem determinava o ângulo de contato. Um operador calibrado (ICC=0.67) obteve duas medidas de cada espécime e a média foi determinada. As análises de ângulo de contato e a rugosidade superficial (R_a) foram realizadas nos mesmos espécimes.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Para a análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), dois espécimes adicionais de cada grupo experimental foram obtidos (N=24). Os espécimes foram colocados sobre um dispositivo metálico e analisados em microscópio eletrônico de varredura (SEM – JSM-7500F; JEOL Ltd., Peabody, MA, EUA), operando com x500 de aumento e voltagem de aceleração de 2,0 kV.

A análise de MEV e EDS foram realizadas nos mesmos espécimes.

RESULTADO

RESULTADO

De acordo com os resultados da ANOVA dois fatores para a rugosidade (Tabela 2), a partícula, o momento do jateamento e a interação foram significativos ($P < 0,001$). A Tabela 3 mostra os valores médios de Ra (μm), desvio padrão e os resultados da análise estatística identificados com o teste de Tukey HSD. Nos grupos PRÉ e PP, a rugosidade aumenta de acordo com o tamanho das partículas. No grupo controle (PÓS), a partícula de Al_2O_3 de 120 μm foi estatisticamente semelhante ao Rocatec Plus (110 μm), porém obteve maiores valores de rugosidade quando comparada com a partícula de 50 μm e Rocatec Soft (30 μm). Independentemente da partícula, o grupo PÓS apresentou a menor rugosidade, enquanto os outros momentos de jateamento não apresentaram diferença significativa entre um e outro.

RUGOSIDADE

Tabela 2 - ANOVA: dois fatores (partícula × momento do jateamento)

Fonte de variação	SS	Df	MS	F	P
Partícula	6,31	3	2,10	281,00	<0,001
Momento	13,69	2	6,85	914,56	<0,001
Partícula*Momento	1,49	6	0,25	33,08	<0,001
Residual	0,81	108	0,01		
Total	142,62	120			

Tabela 3 - Médias dos valores de rugosidade (Ra- μm), desvio-padrão e grupamentos estatísticos

	PRÉ	PP	PÓS
50 μm	1,16 \pm 0,06 Ca	1,11 \pm 0,04 Ca	0,47 \pm 0,03 Bb
120 μm	1,66 \pm 0,18 Aa	1,66 \pm 0,19 Aa	0,63 \pm 0,04 Ab
Rocatec Soft	0,85 \pm 0,06 Da	0,79 \pm 0,05 Da	0,44 \pm 0,02 Bb
Rocatec Plus	1,38 \pm 0,04 Ba	1,32 \pm 0,07 Ba	0,56 \pm 0,05 ABb

Letras diferentes minúsculas indicam diferenças significativas entre os momentos do jateamento ($P < 0,05$)

Letras diferentes maiúsculas indicam diferenças significativas entre partículas ($P < 0,05$)

Com relação ao molhamento, a ANOVA dois fatores (Tabela 4) revela diferença significativa para a partícula ($P < 0,05$) e para o momento do jateamento ($P < 0,01$), mas não para a interação ($P > 0,05$). A Tabela 5 apresenta as médias de valores dos ângulos de contato ($^{\circ}$), desvio padrão e os resultados da análise estatística identificados com o teste de Tukey HSD. Independentemente da partícula, os grupos PRÉ e PP apresentaram o maior e o menor ângulo de contato, enquanto o grupo controle (PÓS) apresentou uma posição intermediária. De uma maneira geral, as partículas de Al_2O_3 de 120 μm e o Rocatec Plus obtiveram o maior e o menor ângulo de contato, respectivamente.

MOLHAMENTO

Tabela 4 - ANOVA dois fatores: partícula X momento do jateamento

Fonte de variação	SS.37	Df	MS	F	P
Partícula	3,60	3	1,20	3,93	<0,05
Momento	4,01	2	2,00	6,56	<0,01
Partícula*Momento	0,68	6	0,11	0,37	>0,05
Residual	33,00	108	0,31		
Total	333,01	120			

Tabela 5 - Média dos valores dos ângulos de contato ($^{\circ}$), desvio-padrão e grupamentos estatísticos

	PRÉ	PP	PÓS
50 μ m	1,70 \pm 0,58 ABa	1,49 \pm 0,64 ABb	1,60 \pm 0,84 ABab
120 μ m	1,99 \pm 0,52 Aa	1,60 \pm 0,56 Ab	1,88 \pm 0,49 Aab
Rocatec Soft	1,74 \pm 0,52 ABa	1,22 \pm 0,43 ABb	1,39 \pm 0,50 Bab
Rocatec Plus	1,69 \pm 0,67 Ba	1,02 \pm 0,26 Bb	1,39 \pm 0,41 Bab

Letras diferentes minúsculas indicam diferenças significativas entre os momentos do jateamento ($P < 0,05$)

Letras diferentes maiúsculas indicam diferenças significativas entre partículas ($P < 0,05$)

A ANOVA dois fatores (Tabela 6) realizada para a resistência de união ao cisalhamento apontou diferença significativa para a partícula, momento do jateamento e para a interação ($P < 0,001$). A Tabela 7 apresenta os valores das médias da resistência de união ao cisalhamento (MPa), desvio padrão e os resultados da análise estatística identificados com o teste Tukey HSD. Independentemente da partícula utilizada, não houve diferença significativa entre os grupos PÓS e PP. Quando o jateamento foi realizado com partículas de Al_2O_3 (50 μm ou 120 μm), o maior valor de RC foi obtido pelo grupo PRÉ. Essa situação foi exatamente oposta quando partículas de Rocatec Soft foram utilizadas. Diferença não significativa entre os três momentos de jateamento foi observada quando os grupos foram jateados com Rocatec Plus. No grupo PRÉ, o maior e o menor valor de RC foram obtidos pelo jateamento com partículas de Al_2O_3 de 120 μm e Rocatec Soft. Nos grupos PP e PÓS, o maior valor de RC foi observado quando o jateamento foi realizado com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica.

O modo de fratura observado foi 100% de falha adesiva em todos os grupos (Figura 6), e as imagens de MEV representativas de cada grupo estão ilustradas na Figura 7.

Imagens representativas de MEV de superfície de zircônia após diferentes momentos do jateamento estão ilustradas na Figura 8 e a análise de EDS na Figura 9.

RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO CISALHAMENTO

Tabela 6 - ANOVA dois fatores: Resistência de união ao cisalhamento (partícula X momento do jateamento)

Fonte de variação	SS	df	MS	F	P
Partícula	172,44	3	57,48	23,20	<0,001
Momento	47,12	2	23,56	9,51	<0,001
Partícula*Momento	482,11	6	80,35	32,44	<0,001
Residual	297,27	120	2,48		
Total	5850,58	132			

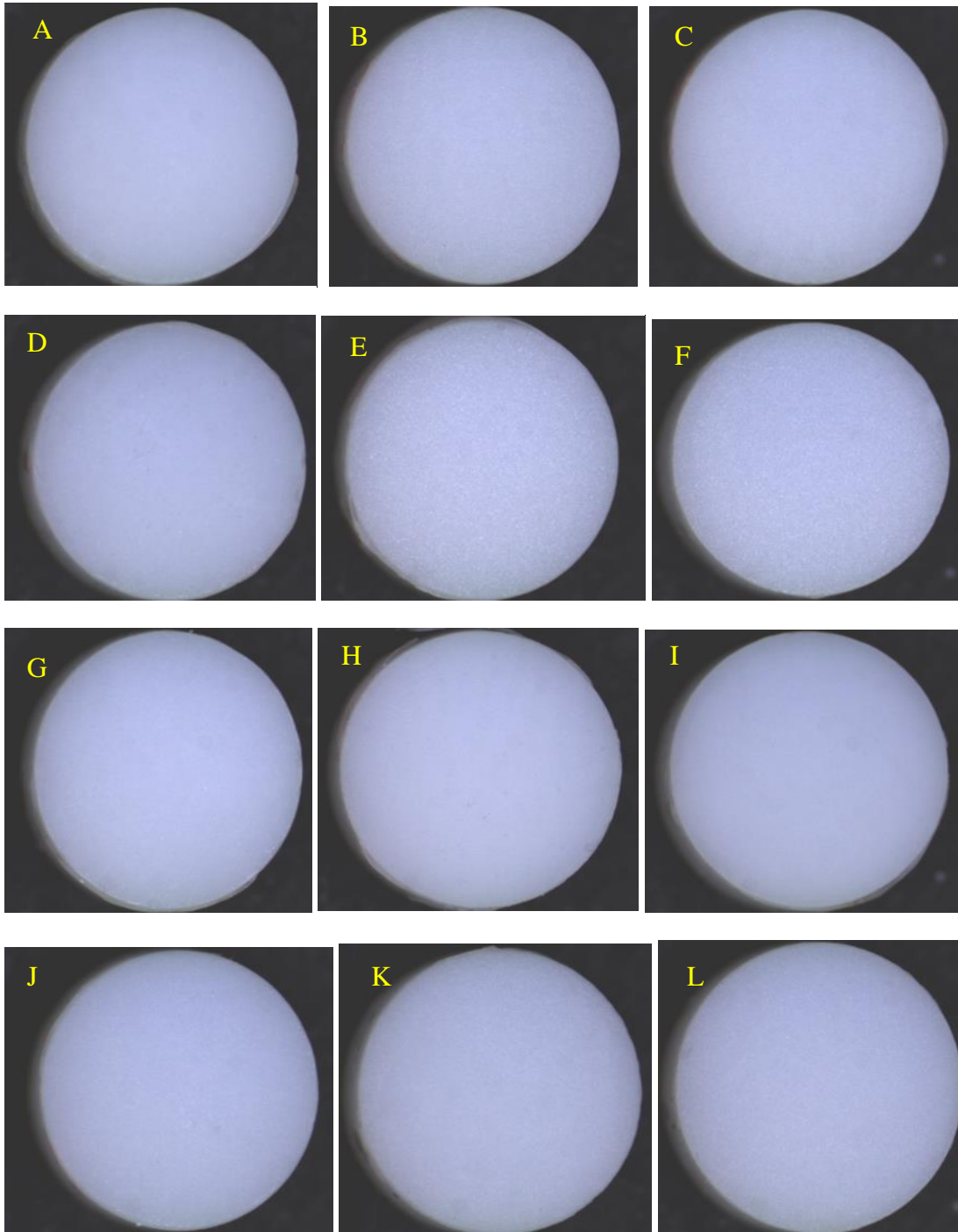
Tabela 7 - Médias dos valores de Resistência de união ao cisalhamento (MPa), desvio-padrão e grupamentos estatísticos

	PRÉ	PP	PÓS
50 µm	7,35 ± 1,42 Ba	2,83 ± 0,62 Bb	3,10 ± 1,17 Bb
120 µm	9,70 ± 1,90 Aa	4,40 ± 1,12 Bb	3,23 ± 0,77 Bb
Rocatec Soft	3,94 ± 0,92 Cb	7,89 ± 1,71 Aa	7,59 ± 2,51 Aa
Rocatec Plus	6,64 ± 1,87 Ba	7,57 ± 1,65 Aa	8,53 ± 2,05 Aa

Letras diferentes minúsculas indicam diferenças significativas entre os momentos do jateamento ($P < 0,05$)

Letras diferentes maiúsculas indicam diferenças significativas entre partículas ($P < 0,05$)

Figura 6 - Imagens representativas das falhas adesivas



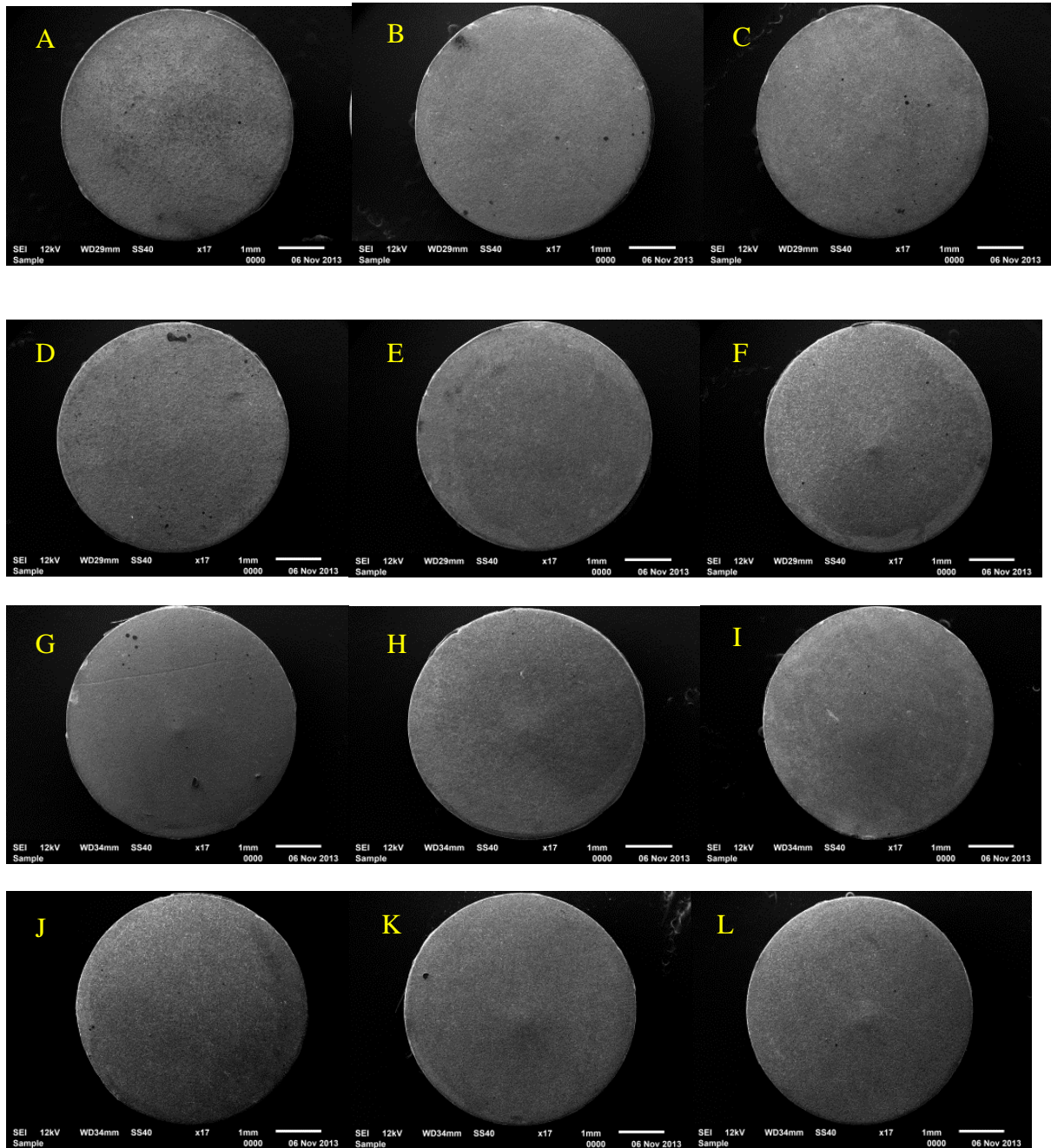
Falhas adesivas: A-B-C: partículas de Al_2O_3 (50 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

D-E-F: partículas de Al_2O_3 (120 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

G-H-I: partículas de Rocatec Soft PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

J-K-L: partículas de Rocatec Plus PRÉ. PP e PÓS, respectivamente.

Figura 7 - Imagens representativas das fraturas através de MEV



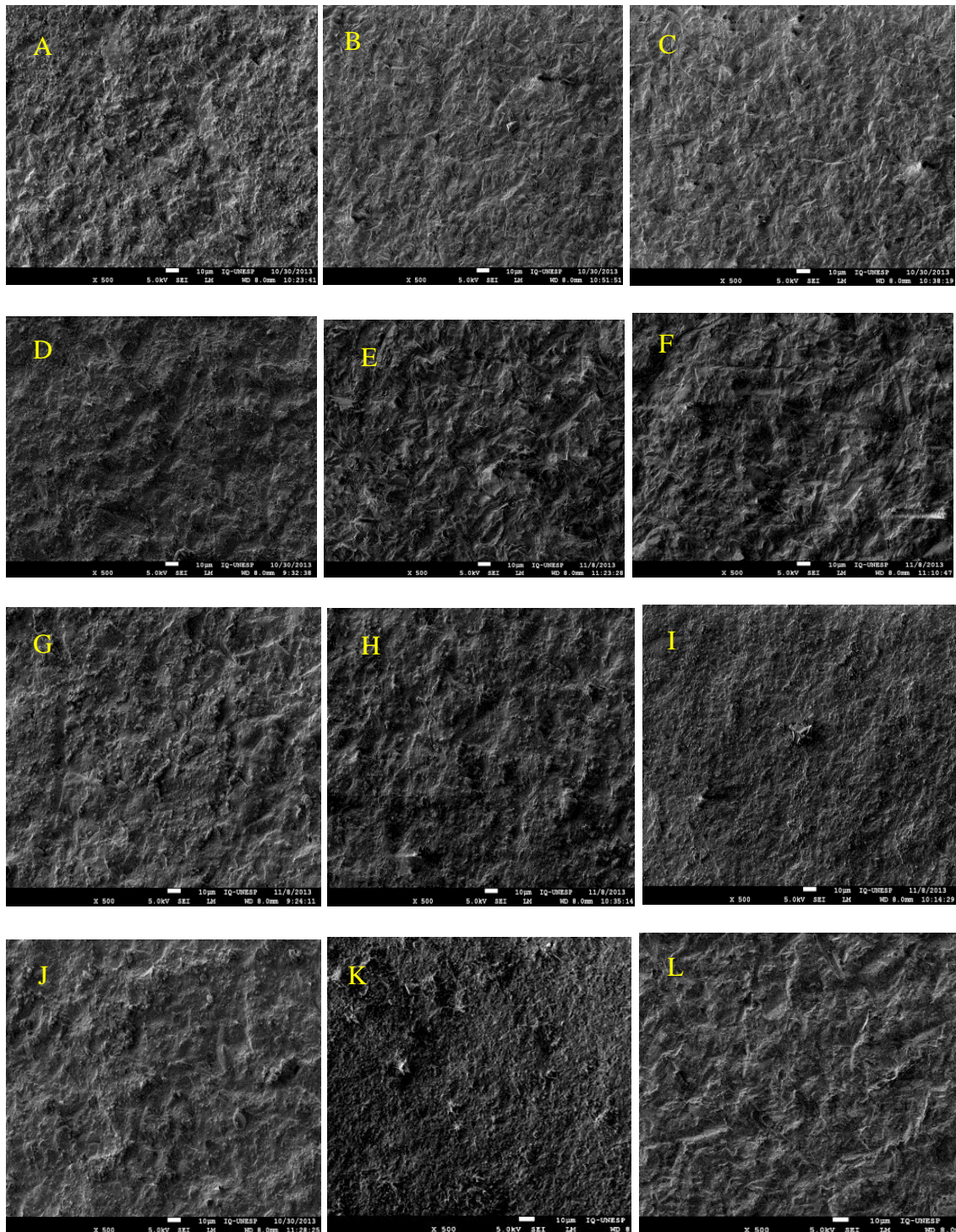
Falhas adesivas (MEV): A-B-C: partículas de Al_2O_3 (50 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

D-E-F: partículas de Al_2O_3 (120 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

G-H-I: partículas de Rocatec Soft PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

J-K-L: partículas de Rocatec Plus PRÉ. PP e PÓS, respectivamente.

Figura 8 - Imagens representativas do jateamento (MEV)



Jateamento (MEV): A-B-C: partículas de Al_2O_3 (50 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

D-E-F: partículas de Al_2O_3 (120 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

G-H-I: partículas de Rocatec Soft PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

J-K-L: partículas de Rocatec Plus PRÉ. PP e PÓS, respectivamente.

Figura 9 - Análise de EDS (continua)

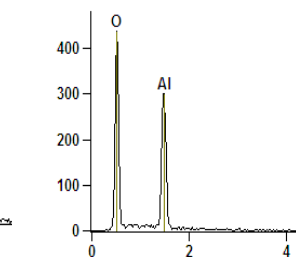
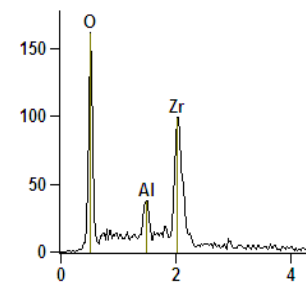
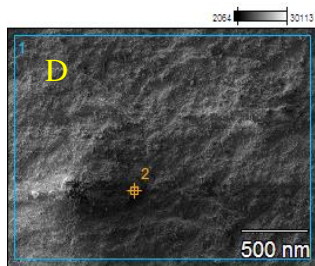
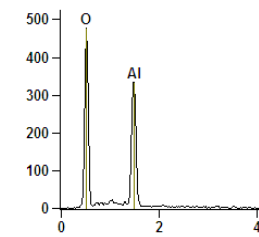
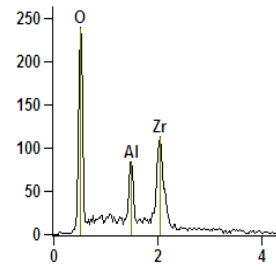
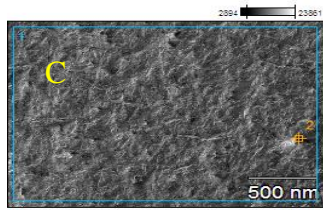
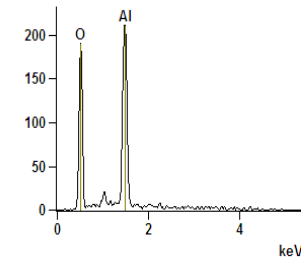
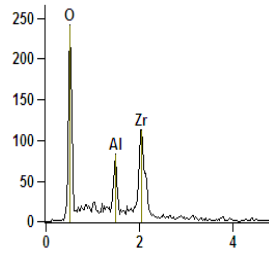
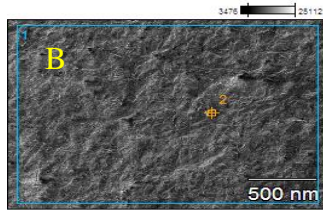
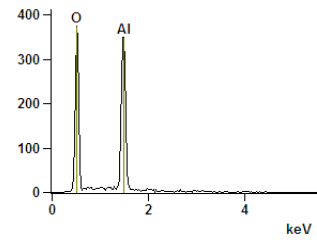
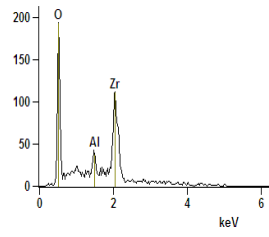
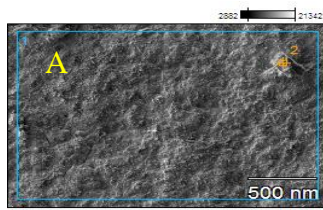


Figura 9 - Análise de EDS (continuação)

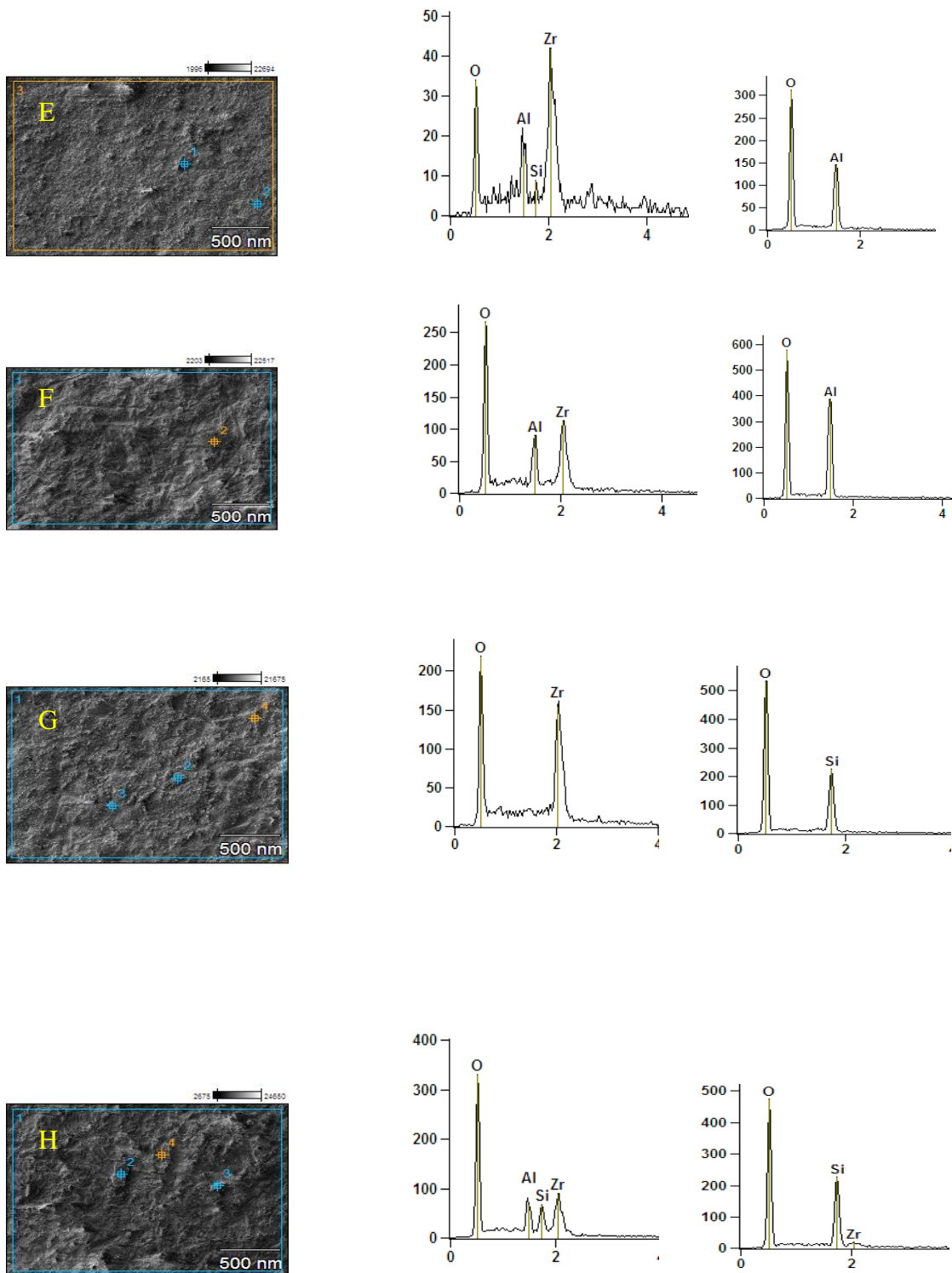
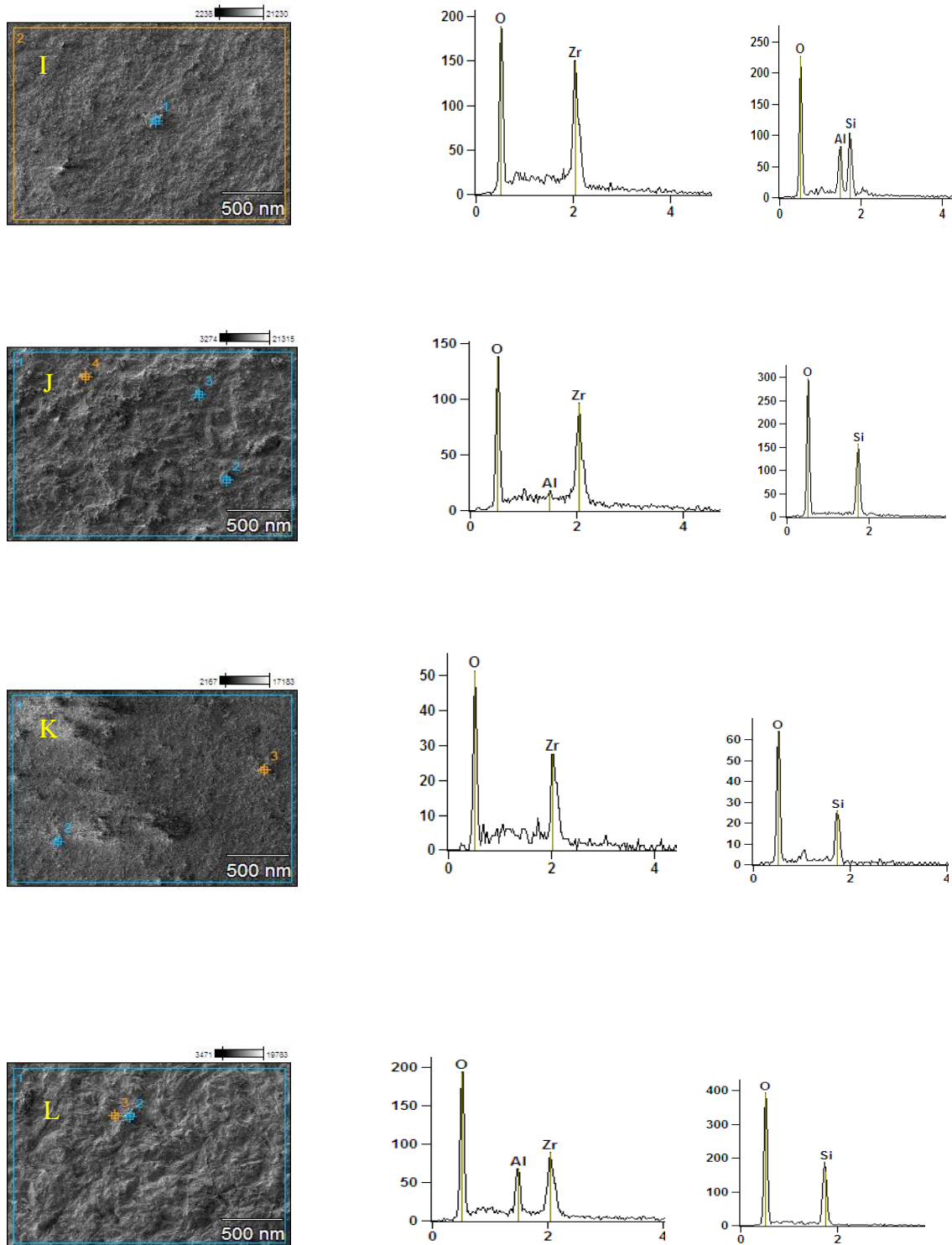


Figura 9 - Análise de EDS (conclusão)



Análise de EDS: A-B-C: partículas de Al_2O_3 (50 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

D-E-F: partículas de Al_2O_3 (120 μm) PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

G-H-I: partículas de Rocatec Soft PRÉ. PP e PÓS, respectivamente;

J-K-L: partículas de Rocatec Plus PRÉ. PP e PÓS, respectivamente.

As imagens de MEV mostraram que as superfícies de zircônia tratadas com partículas maiores, como as de 120 μm e Rocatec Plus, apresentaram aspectos mais arredondados no grupo PRÉ, em comparação aos grupos PP e PÓS. Nos grupos jateados com Rocatec Soft, os momentos PRÉ e PP mostraram aspectos similares e mais rugosos quando comparados ao PÓS. A análise de EDS mostrou a predominância de zircônia, alumínio e oxigênio nas partículas de Al_2O_3 , e a presença desses elementos e da sílica no Rocatec Soft e Rocatec Plus.

DISCUSSÃO

DISCUSSÃO

Os resultados desse estudo mostraram que a hipótese nula da pesquisa não foi aceita, uma vez que as variáveis independentes como partícula e momento do jateamento influenciaram a rugosidade, molhamento e resistência de união ao cisalhamento da zircônia/cimento resinoso.

Com relação à rugosidade, os resultados obtidos nesse estudo mostraram que além dos grupos PP e PRÉ terem obtido os maiores valores de rugosidade superficial comparado ao grupo PÓS, os valores de Ra aumentaram de acordo com o tamanho da partícula utilizada. Em um estudo realizado por Monaco et al.³⁷, no qual foi utilizado partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Rocatec Soft), 50 μm e 110 μm para o jateamento antes e o jateamento após a sinterização da zircônia, o mesmo comportamento foi encontrado. A maior rugosidade observada nos grupos PRÉ e PP sobre o grupo PÓS já era esperada considerando a menor dureza da zircônia em sua fase verde, os quais também obtiveram os maiores valores de rugosidade através de partículas maiores, que possuem um potencial maior para a deformação da superfície da zircônia.

De uma maneira geral, as imagens de morfologia não estão em sintonia com os achados de rugosidade. Com relação ao grupo PÓS, tal como observado em PRÉ e PP, as superfícies jateadas com partículas de Al_2O_3 de 120 μm se mostraram mais rugosas em relação às superfícies jateadas com partículas menores (30 μm e 50 μm). Nessa situação, as imagens de MEV (Figura 8C, 8F e 8I) estão em concordância com os resultados obtidos pela rugosidade, revelando uma superfície nitidamente mais irregular quando o jateamento foi realizado com partículas maiores.

Entretanto, devido à alta dureza da zircônia sinterizada⁴⁶, os valores de Ra fornecidos pelos diferentes tamanhos de partícula foram mais próximos uns dos outros, indicando que nesse momento de jateamento, o tamanho de partícula tem uma menor influência nessa propriedade.

Uma das funções do jateamento é favorecer o molhamento da superfície jateada pelo material aplicado posteriormente, criando uma superfície altamente ativada^{24,29,30,48}. Neste estudo, no jateamento dos grupos PRÉ e PP, as partículas de Al₂O₃ de 120 µm e Rocatec Plus apresentaram, em valores nominais, os maiores e menores ângulos de contato, ou seja, o menor e maior molhamento. Esse comportamento também foi observado no grupo PÓS, com a diferença que o Rocatec Soft também promoveu um maior molhamento em relação às partículas de Al₂O₃ de 120 µm. O tamanho dessas últimas partículas é similar ao do Rocatec Plus (110 µm), mas elas são diferentes em suas composições. Nos grupos PP e PÓS, o jateamento realizado com partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica (Rocatec Soft e Rocatec Plus) resultou em menores valores nominais de ângulo de contato que partículas de Al₂O₃ (50 µm e 120 µm). Contudo, esse comportamento não foi observado no grupo PRÉ. Possivelmente, o processo de sinterização realizado após o jateamento, de alguma maneira, interfere com a superfície jateada. Talvez, isso explique o menor molhamento do grupo PRÉ em relação ao PP, embora eles tenham exibido valores estatisticamente semelhantes de rugosidade, independentemente da partícula. Isso nos mostra que, enquanto a rugosidade é influenciada pelo tamanho da partícula, o molhamento é determinado pela sua composição. Esse cenário faz sentido, uma vez que, no presente estudo, o agente de união silano foi aplicado nas superfícies jateadas para a análise de molhamento.

Sabe-se que esses agentes de união possuem maior afinidade química à sílica do que à alumina^{5,34}.

Com relação à resistência de união ao cisalhamento, nos grupos PP e PÓS, nos quais não houve diferença estatística, o jateamento com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica (Rocatec Soft e Rocatec Plus) promoveu um aumento significativo na RC em relação ao jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm e 120 μm). Como notado para o molhamento, nesses dois momentos de jateamento, a composição da partícula foi responsável por determinar a RC. Nos grupos Rocatec Soft/PP, Rocatec Plus/PP, Rocatec Soft/PÓS e Rocatec Plus/PÓS, além da retenção mecânica, a qual contribui para a união da interface zircônia/cimento resinoso, existe uma união química entre os grupos inorgânicos do silano RelyX Ceramic Primer e a sílica das partículas de Rocatec Soft e Rocatec Plus, o que explica a superioridade desses grupos. Blatz et al.⁸ também observaram que o Rocatec Soft promoveu maior resultados de RC em comparação à partículas de Al_2O_3 de 50 μm , assim como em outro estudo de Amaral et al.⁵, no qual os tratamentos triboquímicos com Rocatec Plus e Rocatec Soft obtiveram maiores valores de resistência de união à microtração em relação ao tratamento com Al_2O_3 de 110 μm . Por outro lado, no grupo PRÉ, as partículas de Al_2O_3 (50 μm e 120 μm) apresentaram melhor comportamento em relação às modificadas por sílica (apesar da similaridade estatística entre o Rocatec Plus e as partículas de Al_2O_3 de 50 μm), com superioridade para as partículas de Al_2O_3 de 120 μm , as quais obtiveram maiores médias de rugosidade e uma topografia mais pronunciada (Figuras 8A e 8D). Todos os grupos, independentemente da partícula e do momento do jateamento apresentaram 100% de falha adesiva após o ensaio de cisalhamento (Figuras 6 e 7).

Monaco et al.³⁶ também observaram que, no jateamento antes da sinterização da zircônia, as partículas de Al_2O_3 promoveram maior RC em relação às partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica. No entanto, esses autores³⁶ relataram que não houve diferença significativa entre partículas de Al_2O_3 de 50 μm e 110 μm . Com relação ao molhamento, também foi observado que o processo de sinterização pode ter alterado a superfície jateada com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica, reduzindo a RC (significativamente para o Rocatec Soft na comparação entre os três momentos de jateamento). Talvez essa diminuição da RC não tenha sido estatisticamente significativa para o Rocatec Plus devido ao seu maior tamanho de partícula (110 μm), o que favoreceu o engrenamento mecânico. Os maiores valores de média de RC promovidos pelo jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm e 120 μm) no grupo PRÉ quando comparados aos outros não pode ser justificado pelo molhamento, que foi estatisticamente semelhante ao grupo PÓS e menor em relação ao grupo PP, nem pela rugosidade, já que os grupos PRÉ e PP foram estatisticamente similares.

As imagens de MEV mostraram que o grupo PRÉ jateado com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (Figura 8A) apresentou uma superfície ligeiramente mais rugosa em relação aos grupos PP e PÓS jateados com a mesma partícula (Figuras 8B e 8C), o que pode ter favorecido a RC. Com relação às superfícies jateadas com partículas de Al_2O_3 de 120 μm , talvez o padrão morfológico observado nos grupos PP (Figura 8E) e PÓS (Figura 8F), nitidamente mais irregular em relação ao PRÉ (Figura 8D), tenha dificultado o escoamento do cimento resinoso, prejudicando a RC.

Ao contrário dos resultados obtidos nesse estudo, outros estudos não relataram diferença significativa entre o jateamento antes e após a sinterização quando partículas de Al_2O_3 de 50 μm ^{36,38} e 120 μm ²¹ foram utilizadas.

Independentemente do jateamento com Al_2O_3 de 50 μm ou 120 μm , essas partículas apresentaram maiores (como observado nesse estudo) ou similares (como relatado em outros estudos^{21,36,38}) valores de RC na comparação entre o jateamento realizado nos momentos PRÉ e PÓS, sendo o momento PRÉ uma opção mais vantajosa por duas razões: (1) a sinterização realizada após o jateamento zera, através da transformação de fase reversa, o conteúdo de fase monoclinica^{36,38} proveniente desse último procedimento e (2) possivelmente, a contração de sinterização da cerâmica Y-TZP pode conter ou até fechar as microtrincas causadas pelo jateamento.

Considerando os resultados de RC desse estudo, cinco associações entre partícula/momento do jateamento (Al_2O_3 de 120 μm /PRÉ, Rocatec Soft/PP, Rocatec Plus/PP, Rocatec Soft/PÓS, Rocatec Plus/PÓS) obtiveram os maiores valores médios. Considerando a similaridade estatística observada em partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica entre os momentos PP e PÓS, sendo o último de mais fácil execução que o primeiro, então os grupos Rocatec Soft/PÓS e Rocatec Plus/PÓS podem ser eleitos em relação ao Rocatec Soft/PP e Rocatec Plus/PP. Com relação aos três grupos restantes (Al_2O_3 de 120 μm /PRÉ, Rocatec Soft/PÓS e Rocatec Plus/PÓS), a importância de se ter uma união química na interface zircônia/cimento resinoso deve ser equilibrada com os possíveis benefícios da realização do jateamento antes da sinterização da zircônia, levando sempre em consideração a durabilidade em longo prazo das restaurações cerâmicas Y-TZP.

Portanto, é importante investigar como todas essas associações entre partícula/momento do jateamento se comportam em longo prazo na presença de umidade, a qual pode favorecer a propagação de microtrincas devido ao fenômeno

de degradação em baixa temperatura, e sob cargas cíclicas, no intuito de simular as adversas condições da cavidade oral.

CONCLUSÃO

CONCLUSÃO

Com as limitações desse estudo in vitro, as seguintes conclusões podem ser tiradas:

1. Nos momentos PRÉ e PP, as partículas de tamanhos maiores promoveram maiores valores de rugosidade, com maior potencial para deformar a superfície da zircônia. No momento PÓS, o tamanho da partícula teve menor influência nessa propriedade.
2. Nos momentos PÓS e PP, as partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Soft e Rocatec Plus) promoveram maior molhamento de superfície em relação às de Al_2O_3 . A sinterização realizada após o jateamento (PRÉ), de alguma maneira, interfere com a superfície jateada, reduzindo seu molhamento.
3. Nos momentos PP e PÓS, a associação entre o engrenamento mecânico e a união química promovida por partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Soft e Rocatec Plus) contribuíram para os maiores valores de RC. No momento PRÉ, as partículas de Al_2O_3 tendem a promover maiores valores de RC, com superioridade para as partículas de Al_2O_3 de 120 μm .

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS*

1. Aboushelib MN. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. *J Adhes Dent*. 2011; 13(3): 255-60.
2. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater*. 2008; 24(9): 1268-72.
3. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi H, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. *Dent Mater*. 2009; 25(8): 989-93.
4. Akin H, Ozkurt Z, Kirmali O, Kazazoglu E, Oxdemir AK. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. *Photomed Laser Surg*. 2011; 29(12): 797-802.
5. Amaral R, Ozcan M, Valandro LF, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008; 85(1): 1-9.
6. Attia A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic – Influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci*. 2011; 19(4): 388-95.
7. Bertolotti RL. Adhesion to porcelain and metal. *Dent Clin North Am*. 2007; 51(2): 433-51.
8. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*. 2007; 38(9): 745-53.

*De acordo com o manual da FOAr/UNESP, adaptadas das normas Vancouver. Disponível no site: <http://www.foar.unesp.br/#!/biblioteca/manual>

9. Blatz M, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Najeed S, Bergler M, Sadan A. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Invest.* 2010; 14(2): 187-92.
10. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, et al. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent.* 2009; 37(11): 891-7.
11. Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, et al. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: effect of surface treatments. *Dent Mater.* 2010; 26(8): 751-60.
12. Casucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F, et al. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater.* 2011; 27(10): 1024-30.
13. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott A. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater.* 2011; 7(2): 858-65.
14. Cavalcanti NA, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009; 34(3): 280-7.
15. Cavalcanti NA, 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.
16. Chen C, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of an experimental zirconia-silica coating technique on micro tensile bond strength of zirconia in different priming conditions. *Dent Mater.* 2012; 28(8): 127-34.

17. Cronin RJ, Cagna DR. An update on fixed prosthodontics. *J Am Dent Assoc.* 1997; 128(4): 425-36.
18. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006; 34(3): 195-206.
19. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1999; 81(2): 135-41.
20. Doi M, Yoshida K, Atsuta M, Takahashi S. Influence of pre-treatments on flexural strength of zirconia and debonding crack-initiation strength of veneered zirconia. *J Adhes Dent.* 2011; 13(1): 79-84.
21. Fazi G, Vichi A, Ferrari M. Influence of surface pretreatment on the short-term bond strength of resin composite to a zirconia-based material. *Am J Dent* 2012; 25(2): 73-8.
22. Foxton RM, Cavalcanti AM, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, et al. Durability of resin cement bond to aluminum oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont.* 2011; 20(2): 84-92.
23. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatment on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33(1): 9-18.
24. Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Hämmerle CHF. Surface characterization of dental Y-TZP ceramic after air abrasion treatment. *J Dent.* 2012; 40(9): 723-35.
25. Jevnikar P, Krnel K, Kocjan A, Funduk N, Kosmac T. The effect of nano-structured alumina coating on resin-bond strength to zirconia ceramics. *Dent Mater.* 2010; 26(7): 688-96.

26. Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009; 9(2): 930-7.
27. Kern M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. *J Adhes Sci Technol.* 2009; 23(7-8): 1097-111.
28. Kern M, Barloji A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res.* 2009; 88(9): 817-22.
29. Kern M, Thompson VP. Effects of sandblasting and silica-coating procedures on pure titanium. *J Dent.* 1994; 22(5): 300-6.
30. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica-coating of dental alloys: volume loss, morphology and changes in the surface composition. *Dent Mater.* 1993; 9(3): 155-61.
31. Kim MJ, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. *J Dent.* 2011; 39(11): 795-803.
32. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater.* 1999; 15(6): 426-33.
33. Kulunk S, Kulunk T, Ural C, Kurt M, Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontol Scand.* 2011; 69(2): 88-94.
34. Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater.* 2006; 22(9): 824-31.

35. Matinlinna JP, Vallittu PK. Silane based concepts on bonding resin composite to metals. *J Contemp Dent Pract.* 2007; 8(2): 1-8.
36. Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. *J Prosthodont.* 2011; 20(2): 97-100.
37. Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *J Dent.* 2013; 41(2): 121-6.
38. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater.* 2011; 27(7): 651-63.
39. Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium oxide-ceramic. *Dent Mater.* 2009; 25(2): 172-9.
40. Ozcan M, NijHuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J.* 2008; 27(1): 99-104.
41. Ozcan M, Cura C, Valandro LF. Early Bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. *Odontology.* 2011; 99(1): 62-7.
42. Pittayachawan P, Mc Donald A, Young A, Knowles J C. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2009; 88(2): 366-77.

43. Subasi MG, Inan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci.* 2012; 29(1): 19-27.
44. Swain MV. Impact of oral fluids on dental ceramics: what is the clinical relevance? *Dent Mater.* 2014; 30(1): 33-42.
45. Takeuchi K, Fujishima A, Manabe A, Kuriyama S, Hotta Y, Tamaki Y, et al. Combination treatment of tribochemical and phosphoric acid ester monomer of zirconia ceramics enhances the bonding durability of resin-based luting cements. *Dent Mater.* 2010; 29(3): 316-23.
46. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mater.* 2011; 27(1): 71-82.
47. Tsuchimoto Y, Yoshida Y, Takeuchi M, Mine A, Yatani H, Tagawa Y, et al. Effect of surface pre-treatment on durability of resin-based cements bonded to titanium. *Dent Mater.* 2006; 22(6): 545-52.
48. Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP, et al. Surface characterization and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. *J Dent.* 2013; 41(1): 51-9.
49. Watanabe H, Saito K, Kokubun K, Sasaki H, Yoshinari M. Change in surface properties of zirconia and initial attachment of osteoblast-like cells with hydrophilic treatment. *Dent Mater.* 2012; 31(5): 806-14.
50. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater.* 2010; 26(1): 44-50.

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

Araraquara, 21 de janeiro de 2014.

SAMIRA BRANCO MARTINS