UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

"JÚLIO DE MESQUITA FILHO" - UNESP

FACULDADE DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS

CÂMPUS DE ARARAQUARA

PRISCILA RODRIGUES FARRIPAS DE SÁ

ESTUDO COMPARATIVO DA RESISTÊNCIA ADESIVA DA SUPERFÍCIE DE ZIRCÔNIA MODIFICADA COM FEIXE DE *LASER* E JATO DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO

ARARAQUARA - SÃO PAULO

2024

PRISCILA RODRIGUES FARRIPAS DE SÁ

ESTUDO COMPARATIVO DA RESISTÊNCIA ADESIVA DA SUPERFÍCIE DE ZIRCÔNIA MODIFICADA COM FEIXE DE *LASER* E JATO DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Araraquara para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Biomaterial e Bioprocessos.

Área de Concentração:

Orientador: Prof. Dr. Antonio Carlos Guastaldi

ARARAQUARA - SÃO PAULO

2024

Sá, Priscila Rodrigues Farripas de.
S111e Estudo comparativo da resistência adesiva da superfície de zircônia modificada com feixe de laser e jato de óxido de alumínio / Priscila Rodrigues Farripas de Sá. – Araraquara, 2024.
118 f. : il.

Orientador(a): Antonio Carlos Guastaldi.

Dissertação (Mestrado Profissional) – Universidade Estadual Paulista. "Júlio de Mesquita Filho". Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Programa de Pós-graduação em Engenharia de Biomateriais e Bioprocessos.

1. Zircônia Multicamada. 2. Resistência sivAdea. 3. Jato de Óxido de Alumínio 4. Laser Yb: YAG. I. Guastaldi, Antonio Carlos, orient. II. Título.

Diretoria do Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação - Faculdade de Ciências Farmacêuticas
UNESP - Campus de Araraquara

CAPES: 33004030170P0
Esta ficha não pode ser modificada

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Araraquara

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Estudo comparativo da resistência adesiva da superfície de zircônia modificada com feixe de laser e jato de óxido de alumínio

AUTORA: PRISCILA RODRIGUES FARRIPAS
ORIENTADOR: ANTONIO CARLOS GUASTALDI

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Biomateriais e Bioprocessos, área: Biomateriais, Bioprocessos, Bioprodutos pela Comissão Examinadora:

Prof. Dr. ANTONIO CARLOS GUASTALDI (Participaçao Presencial)
Departamento de Química Analítica, Físico-Química e Inorgânica / Instituto de Química do Campus de Araraquara da Unesp

Prof. Dr. LUCAS DAVID GALVANI (Participaçao Presencial)
Faculdade do Centro Oeste Paulista (FACOP)

Prof. Dr. NELSON BATISTA DE LIMA (Participaçao Virtual)
Departamento de Caracterização de Materiais / Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) da Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN)

Araraquara, 24 de junho de 2024

Dedico este estudo, horas e horas debruçada, o esforço em realizar
às mulheres que me formam, me encorajam, me suportam e sonham junto comigo.
A elas, a quem eu tanto amo e admiro:
Cynira, Nazaré e Naíde

AGRADECIMENTOS

Talvez, escrever meus sentimentos de gratidão às pessoas que se envolveram diretamente nesta pesquisa, não alcance a dimensão do que é necessário expressar.

Começo essa lista imensa agradecendo a Deus a oportunidade de ter por perto tantos que se disponibilizaram para que esta pesquisa começasse e fosse concluída.

À minha família, pela compreensão das minhas ausências e pelo suporte em todas os pilares que me sustentam. Dra. Nazira Farripas, minha primeira inspiração profissional.

Realizar o mestrado vem do meu interesse em continuar as etapas de pós-graduação, mas isso só se fez possível por ter em meu caminho profissional a presença de um mestre que admiro e tem a habilidade em direcionar seus alunos para o desenvolvimento acadêmico e científico, incentivando a busca constante pelo conhecimento e excelência. Obrigada Professor Dr. Eurípedes Vedovato.

Ser aceita no programa de Mestrado Profissional em Engenharia de Biomaterial e Bioprocessos, tendo uma formação da Odontologia, me trouxe a consciência da vastidão do conhecimento existente e inalcançável. Agradeço ao Professor Dr. Antonio Carlos Guastaldi por me inspirar a ultrapassar limites e explorar novas fronteiras.

E se esta pesquisa possui dados e informações que conseguiram alcançar os objetivos levantados, devo agradecer ao Professor Dr. Nelson Batista de Lima por se disponibilizar integralmente, oferecendo seu tempo, conhecimento e orientação inestimáveis. Sua dedicação e apoio foram essenciais para a realização deste trabalho e sou imensamente grata por sua incansável assistência.

Prosseguindo, sinto-me muito feliz por ter conhecido um professor extremamente didático, íntegro, dono de um saber primoroso que se dispôs a me amparar e fazer acreditar que eu poderia superar os obstáculos, dando-me as ferramentas necessárias. Obrigada Professor Dr. Luís Geraldo Vaz.

À Universidade de São Paulo, junto com seus ilustres professores, alunos, técnicos e funcionários, por me permitir realizar a pesquisa, o meu mais visceral agradecimento. Sem esse acesso, esta pesquisa não aconteceria. Agradeço, portanto, ao Professor Dr. Paulo Cesar Francisco, à Professora Dra. Karina Felix Santos, ao Professor Antonio Lascala, à Professora Dra. Isabella Silveira Savo, ao Professor Dr. Francisco Braga, ao Professor Dr. Rene Ramos Oliveira, ao Professor

Nildemar Aparecido Ferreira, à Professora Dra. Fernanda de Sá Teixeira, ao Fernando Caja e tantos outros.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, junto com seus ilustres professores, alunos, técnicos e funcionários, pela compreensão, carinho e atenção dispensados. Sem tamanha empatia o caminho seria mais árduo. Agradeço portanto à Professora Dra. Andreia Gonçalves, ao Professor Dr. Lucas David Galvani, à Professora Ana Mandolini, ao Professor Dr. Rodolfo Debone Piazza, à Professora Sonia Maria Zanetti, à Claudia Lucia Molina, à Denise Daré Hatanaka, ao Victor Picchi Gandin e tantos outros.

Pode ser que nem todos os citados sejam de fato professores, mas foi o que representaram para mim durante este período.

Em especial, agradeço o amigo Professor Dr. Odemar Cardoso, que no último momento, trouxe presença, afastou a solidão que a pesquisa e seu envolvimento impõem e elevou ainda mais os meus conhecimentos.

Professora Dra. Marcia Ayres, Professor Dr. Roberto dos Santos Gião, Professora Angélica Pires, Professora Dra. Bárbara da Silva e Souza Lorca, o que seria do meu caminhar sem vocês ao meu lado?

Por fim, entretanto, com uma grandeza imensa de importância, obrigada meus irmãos Rafael e Gustavo, minhas cunhadas Paola e Natália e minhas riquezas absolutas, Bruno, Júlia e Sofia por proporcionarem momentos de distração e afeto.

Pai, sei que andou junto (agradecimentos póstumos).

“As coisas estão no mundo, só que eu preciso aprender”
Paulinho da Viola

RESUMO

A Cerâmica de Zircônia é caracterizada por uma matriz cristalina pura, altamente densa, desprovida de fase vítrea. Na área da Odontologia, têm sido propostos métodos alternativos para modificar a superfície da Zircônia, a fim de aprimorar a resistência adesiva ao cimento resinoso e obter uma cimentação segura à dentina. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união por meio de ensaios mecânicos de cisalhamento na interface de adesão em cimento resinoso autoadesivo e superfícies de zircônia modificadas por diferentes métodos e dentina. A metodologia utilizada no estudo envolveu a divisão em três diferentes grupos: o Grupo controle, chamado de Grupo Z2, avaliou a resistência adesiva da zircônia monolítica multicamada translúcida modificada por jato de óxido de alumínio 50 µm; o Grupo Z1, utilizou a mesma zircônia, entretanto, modificada por feixe de *laser* Yb: YAG e o Grupo D, avaliou a resistência adesiva em relação à dentina. Para análise qualitativa e quantitativas, as técnicas de difração de raios-X (DRX), rugosidade superficial, microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) e molhabilidade (goniômetro de ângulo de contato), foram empregadas em diferentes momentos: na avaliação da superfície da Zircônia antes e após as modificações feitas por feixe de *laser* e jateamento. Após o processo de cimentação e ensaios mecânicos de cisalhamento, novas análises foram realizadas por microscopia óptica e os valores de resistência de união e o tipo de falha, elaborados estatisticamente. Os dados estatísticos reunidos foram levantados por análise de variância unidirecional (ANOVA), teste de *Tukey* (P e alfa <0,05) e Teste T *Student.* Todas as análises realizadas nos corpos de prova antes dos ensaios mecânicos elucidaram as conclusões. Dentro das limitações deste estudo, os resultados mostraram que a zircônia modificada com feixe de *laser* Yb: YAG apresentou resistência de união similar à modificada por jato de óxido de alumínio, sugerindo ser uma alternativa viável para tratamento de superfície. A avaliação por MEV destacou a necessidade de ajustar os parâmetros do laser para minimizar danos. Apesar das diferenças de molhabilidade, não houve impacto significativo na resistência adesiva. A predominância de falhas mistas e similaridade na adesão da dentina e zircônia foram observadas. Estudos mais elaborados e o aprimoramento da técnica podem fazer com que o cirurgião dentista venha a utilizar a zircônia modificada por feixe de *laser* Yb: YAG.

Palavras-chave: zircônia multicamada; resistência adesiva; jato de óxido de alumínio; *laser* yb: yag.

ABSTRACT

Zirconia Ceramics is characterized by a pure, highly dense crystalline matrix, devoid of a glassy phase. In the area of Dentistry, alternative methods have been proposed to modify the Zirconia surface, in order to improve the adhesive resistance to resin cement and obtain safe cementation to dentin. The objective of this study was to evaluate the bond strength through mechanical shear tests at the adhesion interface on self-adhesive resin cement and zirconia surfaces modified by different methods and dentin. The methodology used in the study involved division into three different groups: the control group, called Group Z2, evaluated the adhesive strength of translucent multilayer monolithic zirconia modified by a 50 μm aluminum oxide jet; Group Z1 used the same zirconia, however, modified by a Yb: YAG laser beam and Group D evaluated the adhesive strength in relation to dentin. For qualitative and quantitative analysis, the techniques of X-ray diffraction (XRD), surface roughness, optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and wettability (angle goniometer) contact), were used at different times: in the evaluation of the Zirconia surface before and after the modifications made by laser beam and blasting. After the cementing process and mechanical shear tests, new analyzes were carried out using optical microscopy and the bond strength values and type of failure were statistically calculated. The statistical data gathered were collected by one-way analysis of variance (ANOVA), Tukey's test (P and alpha <0.05) and Student's T Test. All analyzes carried out on the specimens before the mechanical tests elucidated the conclusions. Conclusion: Within the limitations of this study, the research compared the adhesive strength of the zirconia surface modified with a Yb: YAG laser beam and an aluminum oxide jet. The results showed that zirconia modified with a Yb:YAG laser beam presented bond strength similar to that modified by aluminum oxide jet, suggesting that it is a viable alternative for surface treatment. The SEM evaluation highlighted the need to adjust laser parameters to minimize damage. Despite the differences in wettability, there was no significant impact on adhesive strength. The predominance of mixed failures and similarity in dentin and zirconia adhesion were observed. More elaborate studies and improvement of the technique may lead the dental surgeon to use zirconia modified by Yb: YAG laser beam.

Keywords: multilayer zirconia; adhesive resistance; aluminum oxide jet; yb:yag laser.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura		Página
Figura 1	**-** Corte transversal na coroa do dente	36
Figura 2	**-** *Autodesk Meshmixer*	37
Figura 3	**-** *Zirkonzahn Nesting Software*	38
Figura 4	**-** Sistema CAM Fresadora *M1 Zirkonzahn*	38
Figura 5	**-** Bloco de zircônia *EXPLORE ESTHETIC* 4D *MULTILAYER*	39
Figura 6	**-** Forno de Sinterização mv-r 7204000100 MIHM-VOGT	39
Figura 7	**-** *Laser* OmniMark 20F	41
Figura 8	**-** Centralização do feixe de irradiação	42
Figura 9	**-** Superfície de zircônia pintada para jateamento.	43
Figura 10	**-** Exemplo de cada etapa realizada	44
Figura 11	**-** Análise da rugosidade de superfície	46
Figura 12	**-** KSV *Instruments* LTD	48
Figura 13	**-** Preparo - Grupo D	49
Figura 14	**-** Preparo - Grupo Z1/Z2	50
Figura 15	**-** Corpos de prova para cimentação	51
Figura 16	**-** Cortes do tubo de silicone	52
Figura 17	**-** Perfuração da fita dupla face	52
Figura 18	**-** Fita adesiva perfurada aderida ao corpo de prova	52
Figura 19	**-** Ensaio mecânico	54
Figura 20	**-** Difratograma de raios-X das amostras a2 virgem do Grupo Z	57
Figura 21	**-** MEV - Grupo Z	58
Figura 22	**-** EDS - Grupo Z	59
Figura 23	**-** Resultado da imagem ampliada em 100x e 50x - Grupo Z	61
Figura 24	**-** Ângulo de contato - Grupo Z	62
Figura 25	**-** Difratograma de raios-X das amostras a2 com *laser* do Grupo Z1	64
Figura 26	**-** MEV I - Grupo Z1	65
Figura 27	**-** MEV II - Grupo Z1	66
Figura 28	**-** EDS - Grupo Z1	67

Figura 29 **-** Resultado da imagem ampliada em 50x e 100x - Grupo Z1 69
Figura 30 **-** Ângulo de contato - Grupo Z1 horizontal 71
Figura 31 **-** Ângulo de contato - Grupo Z1 vertical 71
Figura 32 **-** Força de Cisalhamento - Grupo Z1 73
Figura 33 **-** Fratura - Grupo Z1 74
Figura 34 **-** Difratograma de raios-X das amostras a2 jato do Grupo Z2 76
Figura 35 **-** MEV - Grupo Z2 77
Figura 36 **-** EDS - GRUPO Z2 78
Figura 37 **-** Resultado da imagem ampliada em 50x e 100x - Grupo Z2 80
Figura 38 **-** Ângulo de contato - Grupo Z2 81
Figura 39 **-** Força de Cisalhamento - Grupo Z2 83
Figura 40 **-** Fratura - Grupo Z2 84
Figura 41 **-** Força de Cisalhamento - Grupo D 86
Figura 42 **-** Fratura - Grupo D 87
Figura 43 **-** Molhabilidade *Clearfil™ Ceramic Primer* – Grupos Z/Z1/Z2 89
Figura 44 **-** Molhabilidade água - Grupos Z/Z1/Z2 89
Figura 45 **-** MEV - Grupos Z/Z1/Z2 90
Figura 46 **-** Gráfico Y/Zr EDS - Grupo Z/Z1/Z2 91
Figura 47 **-** Fase Cristalográfica DRX - Grupo Z/Z1/Z2 92
Figura 48 **-** Resistência adesiva - Grupo Z1/Z2/D 93
Figura 49 **-** Adesão x Falha - Grupo Z/Z1/D 95
Figura 50 **-** Microscopia Óptica – Grupo Z/Z1/Z2 96

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros de irradiação Yb: YAG 41

Tabela 2 - Rugosidade de superfície - amostras Z 60

Tabela 3 - Estatística - Grupo Z 61

Tabela 4 - Molhabilidade - Grupo Z 62

Tabela 5 - Rugosidade de superfície - amostras Z1 68

Tabela 6 - Estatística - Grupo Z1 68

Tabela 7 - Molhabilidade - Grupo Z1 - horizontal e vertical 70

Tabela 8 - Resistência adesiva - Grupo Z1 72

Tabela 9 - Rugosidade de superfície - amostras Z2 79

Tabela 10 - Estatística -Grupo Z2 79

Tabela 11 - Molhabilidade - Grupo Z2 81

Tabela 12 - Resistência adesiva - Grupo Z2 82

Tabela 13 - Resistência Adesiva - Grupo D 85

Tabela 14 - Análises quantitativas - Grupos Z/Z1/Z2 88

Tabela 15 - Tensão ao cisalhamento - Grupos Z1/Z2/D 92

Tabela 16 - Análise estatística - Ensaio Mecânico 94

LISTA DE ABREVIATURAS

3Y-TZP	- Zircônia Tetragonal Policristalina parcialmente estabilizada por 3 mol% de ítria
4Y-TZP	- Zircônia Tetragonal Policristalina parcialmente estabilizada por 4 mol% de ítria
5Y-TZP	- Zircônia Tetragonal Policristalina parcialmente estabilizada por 5 mol% de ítria
5Y-PSZ	- Zircônia Parcialmente Estabilizada por 5 mol% de ítria
Al_2O_3	- Óxido de Alumínio
CAD/CAM	- Desenho assistido por computador / Manufatura assistida por computador
CaO	- Óxido de Cálcio
CeO_2	- Óxido de Cério
curr.	- Corrente de feixe de elétrons
CV	- Coeficiente de variação
DVO	- Dimensão Vertical de Oclusão
DRX	- Difração de raios-X
Er: YAG	- *Laser* de Ítrio e Alumínio Dopado com Érbio
EDS	- Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X
ETD	- *Everhart-Thornley Detector*
FSZ	- Zircônia Totalmente Estabilizada
HFW	- *Horizontal Field Width*
Ho	-Hipótese nula
HTML	- *High Translucent Multi-Layer*
HVDC	- *High Voltage Direct Current*
mag.	- Magnificação
MDP	- Monômero funcional diidrogenofosfato
MEV	- Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	- Microscópio Óptico
MgO	- Óxido de Magnésio
Nd: YVO4	- Ortovanadato de Ítrio Dopado com Neodímio
PDF	- *Powder Diffraction File*

PSZ - Zircônia Parcialmente Estabilizada

STML - *Super Translucent Multi-Layer*

TZP - Zircônia Tetragonal Policristalina

UTML - *Ultra Translucent Multi-Layer*

WD - *Work Distance*

Y - Ítrio

Y_2O_3 - Óxido de Ítrio (Ítria)

Y-TZP - Zircônia Tetragonal Policristalina Parcialmente Estabilizada por Ítria

Yb: YAG - *Laser* de ítrio e alumínio dopado com itérbio

YML - *Yttria Stabilized Multi-Layer*

Zr - Zircônio

ZrO_2 - Óxido de Zircônio (Zircônia)

Ra - Rugosidade média da superfície

Ry - Rugosidade máxima

Rq - Rugosidade média quadrática

LISTA DE SÍMBOLOS

%	-Porcentagem
~	-Aproximadamente
+	-Mais
ºC	-Graus Celsius
µm	-Micrometro
bar	-Unidade de medida de pressão
GPa	-Giga Pascal
keV	-Quiloelétron-volt
kHz	-Quilohertz
kV	-Quilovolts
mA	-Miliampere
mAh	-Miliampere hora
mm	-Milímetro
MPa	-Mega Pascal
mol	-Molécula
mol%	-Molécula porcentual
s	-Segundos
stl.	-Estereolitografia / *Standard Triangle Language*
W	-Watt

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO …….. 20

2 OBJETIVOS…… 27

3 REVISÃO DA LITERATURA……... 28

4 MATERIAIS E MÉTODOS……... 35

4.1 PREPARO DAS AMOSTRAS DE DENTINA……..... 35

4.2 PREPARO DAS AMOSTRAS DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA……..... 36

4.2.1 *Laser* Yb: YAG……..……..... 40

4.2.2 Jato de Óxido de Alumínio……..... 42

4.2.3 Análise das Características Superficiais ……..... 44

4.2.3.1 Difração de Raios-X ……..... 45

4.2.3.2 Rugosidade de Superfície……..... 45

4.2.3.3 Microscopia……..... 46

4.2.3.4 Molhabilidade..... 47

4.3 PROCEDIMENTOS DE PREPARO PARA OS ENSAIOS MECÂNICOS..... 49

4.3.1 Grupo D…….....……..... 49

4.3.2 Grupo Z1 e Z2…….....……..... 50

4.4 PROCEDIMENTOS PARA CIMENTAÇÃO……..…… 51

4.5 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO…….....…… 53

4.6 DADOS ESTATÍSTICOS..... 55

5 RESULTADOS.....…….. 56

5.1 AMOSTRAS DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA SEM ALTERAÇÃO DE SUPERFÍCIE - GRUPO Z…….....…..... 56

5.1.1 Difração de Raios-X…….....…….. 56

5.1.2 Análise em MEV…….....……... 57

5.1.3 Rugosidade de Superfície…….....…….. 60

5.1.4 Microscopia Óptica…….....…….. 61

5.1.5 Molhabilidade..... 62

5.2 ESPÉCIMES DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA IRRADIADOS COM FEIXE DE *LASER* YB: YAG - GRUPO Z1…….....…….... 63

5.2.1 Difração de Raios-X…….....……. 63

5.2.2 Análise em MEV…….....…….. 64

5.2.3 Rugosidade de Superfície…….....…….. 68

5.2.4 Microscopia Óptica…….....…….. 69

5.2.5 Molhabilidade..... 69

5.2.6 Adesão……..……... 72

5.2.6.1 Resistência Adesiva..... 72

5.2.6.2 Classificação das Fraturas..... 73

5.3 ESPÉCIMES DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA JATEADAS COM ÓXIDO DE ALUMÍNIO - GRUPO Z2…….....……..... 75

5.3.1 Difração de Raios-X…….....…….. 75

5.3.2 Análise em MEV…….....……... 76

5.3.3 Rugosidade de Superfície…….....……... 79

5.3.4 Microscopia Óptica…….....……... 80

5.3.5 Molhabilidade..... 80

5.3.6 Adesão…….....……... 82

5.3.6.1 Resistência Adesiva..... 82

5.3.6.2 Classificação das Fraturas..... 83

5.4 ESPÉCIMES DE DENTINA - GRUPO D..... 85

5.4.1 Adesão..... 85

5.4.1.1 Resistência Adesiva..... 85

5.4.1.2 Classificação das Fraturas..... 86

5.5 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS..... 88

5.5.1 Rugosidade e Molhabilidade..... 88

5.5.2 MEV e EDS..... 90

5.5.3 Difração de raios-X..... 91

5.5.4 Resistência Adesiva..... 92

5.5.5 Classificação das Fraturas..... 94

5.5.6 Microscopia Óptica..... 95

6 DISCUSSÃO……..... 97

7 CONCLUSÃO.....……..108

REFERÊNCIAS……...……...109

1 INTRODUÇÃO

A crescente utilização de materiais restauradores protéticos a base de zircônia, com características cada vez mais estéticas, na recuperação da função e anatomia em estruturas dentais com preparos expulsivos e mínimos desgastes, inspiram profissionais cirurgiões-dentistas, a desejar uma cimentação adesiva.

A grande parte dos estudos realizados sobre a cimentação adesiva de zircônia elenca o jateamento de óxido de alumínio como a técnica mais amplamente aceita para a preparação da superfície. Com base neste levantamento bibliográfico (Hallmann, 2016; Kern, 2010; Le; Larsson; Papia, 2019; Malheiros; Fialho; Tavarez, 2013; Quigley *et al.*, 2021; Scaminaci Russo *et al.*, 2019) e entendendo a adesão como uma propriedade físico-química, esta pesquisa sugere a utilização do *laser* industrial, Yb: YAG (do inglês *ytterbium - doped yttrium aluminum garnet*, *Laser* de ítrio e alumínio dopado com itérbio), para alterar a rugosidade, a morfologia da superfície da zircônia, aumentando ou diminuindo sua área específica (relação área/volume), para que ocorra o referido processo de união e assim, comparar os resultados alcançados com a resistência adesiva em dentina e na zircônia modificada por jato de óxido de alumínio.

A zircônia foi introduzida na Odontologia no início dos anos 90, como uma estrutura para apoiar materiais cerâmicos frágeis. É considerada mais resistente dentre as cerâmicas odontológicas disponíveis no mercado e sua evolução a coloca cada vez mais apta a reproduzir fielmente os dentes naturais. Considerada, segundo Garvie, Hannink e Pascoe (1975) análoga do aço, possui uma composição química que torna seu processo de adesão ao dente um desafio aos pesquisadores (Blatz *et al.*, 2004; Güth *et al.*, 2019; Piconi; Maccauro, 1999; Zhang; Lawn, 2018;).

A zircônia é um composto de zircônio e oxigênio que, após o processo de purificação, torna-se um pó branco e cristalino de alto ponto de fusão. Apresenta-se como dióxido de zircônio (ZrO_2). Polimórfica, possui três fases cristalográficas, em diferentes temperaturas, até seu ponto de fusão: a fase monoclínica, estável em temperatura ambiente até 1.170ºC, com fraco desempenho mecânico; a fase tetragonal, estável a partir de 1.170ºC até 2.370ºC e a fase cúbica, estável a partir de 2.370ºC com ponto de fusão acima de 2.615ºC (Piconi; Maccauro, 1999; Vagkopoulou T *et al.*, 2009).

Na fase tetragonal, a zircônia apresenta propriedades mecânicas aprimoradas e desejadas na Odontologia, como, resistência ao desgaste, à flexão, alta tenacidade à fratura, além de uma excelente biocompatibilidade. Entretanto, no processo de sinterização, no aquecimento ou no resfriamento, ou sob pressão, a fase tetragonal não se mantém estável. Ocorre a transformação martensítica: a transformação da estrutura cristalina de tetragonal para monoclínica, acompanhada por uma grande deformação de cisalhamento, grande aumento de volume e grandes tensões internas (Chevalier *et al.*, 2009; Hannink; Kelly; Muddle, 2000).

A zircônia pura sinterizada acima de 1.170ºC, inevitavelmente se desintegra durante o resfriamento. Para estabilizar e manter a integridade dos corpos de zircônia na fase tetragonal ou cúbica sinterizados à temperatura ambiente, une-se a zircônia pura com estabilizadores (também chamados de dopantes). Os óxidos de cálcio (CaO), magnésio (MgO), ítrio (Y_2O_3) e cério (CeO_2) têm sido os estabilizadores mais amplamente utilizados, formando microestruturas diferentes (Chevalier *et al.*, 2009).

A adição de óxidos estabilizadores como o CaO e MgO à zircônia pura, permite gerar materiais polimorfos conhecidos como zircônia parcialmente estabilizada (PSZ). De acordo com a porcentagem de dopantes, as zircônias podem ser estabilizadas na fase cúbica ou tetragonal como fase principal à temperatura ambiente. A PSZ também pode ser obtida utilizando Y_2O_3 e CeO_2 e as zircônias estabilizadas na fase tetragonal como fase principal, são denominadas zircônia tetragonal policristalinas (TZPs) (Ban, 2018).

Em geral, as cerâmicas de zircônia podem ser classificadas em três tipos principais de acordo com sua microestrutura: zircônia totalmente estabilizada (FSZ), zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) e zircônia tetragonal policristalina (TZP) que também é uma zircônia parcialmente estabilizada. A zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) é a forma mais comum de zircônia usada em Odontologia, devido às suas propriedades mecânicas e biocompatibilidade (Cavalcanti *et al.*, 2009; Chevalier *et al.*, 2009).

A alta resistência à fratura do material é explicada principalmente pelos mecanismos de tenacificação. Estas cerâmicas tetragonais, agora metaestáveis, exibem excepcional resistência à fratura quando a transformação para a fase monoclínica é desencadeada por uma trinca em propagação. Há uma mudança de forma dentro dos grãos individuais, um aumento de volume, gerando tensões

compressivas superficiais que impedem a propagação de trincas como uma resistência adicional aos danos (Chevalier *et al.*, 2009; Zhang; Lawn, 2018).

A primeira geração da zircônia utilizada na Odontologia, possui na composição 3 porcento em mol (mol%) de ítria, adicionados para evitar a transformação da fase tetragonal para a fase monoclínica. É uma zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por 3 mol% de ítria (3Y-TZP) e contém 0,25% em peso de alumina (Al_2O_3), resistência superior a 1GPa em flexão e grãos com tamanhos de ~0,5 a 1 μm, com alta opacidade. As gerações sucessivas das zircônias dentárias surgem buscando maior translucidez do material e acompanhando uma clara tendência para restaurações monolíticas (restauração feitas a partir de um bloco de material sólido) (Zhang; Lawn, 2018).

A condução do processamento das gerações posteriores da zircônia, buscou manter as propriedades físicas e mecânicas com a melhora das propriedades ópticas do material, por meio da diminuição do número e tamanho dos grãos de óxido de alumínio, incremento do teor de ítria e eliminação da porosidade, mediante a sinterização a temperaturas mais altas, empregando maiores quantidades de fase cúbica (Zhang; Lawn, 2018).

Na fase cúbica, a zircônia possui menor dureza do que a zircônia na fase tetragonal parcialmente estabilizada, entretanto, é mais translúcida com propriedades ópticas isotrópicas, o que a torna mais adequada para aplicações onde a aparência estética é mais importante do que a resistência mecânica. Trata-se de uma geração da zircônia na Odontologia, com maior proporção de ítria, para driblar a menor dureza dos grãos estabilizados em fase cúbica e com aumento considerável na translucidez do material, sendo indicada para situações mais amplas na região anterior da arcada dentária (Elsaka, 2019; Güth *et al.*, 2019; Silva *et al.*, 2017; Camposilvan *et al.*, 2018).

Mais recentemente, foram desenvolvidos sistemas de zircônia multicamada com o intuito de imitar o gradiente de tonalidade observado nos dentes naturais: onde a área incisal de uma coroa é mais translúcida, crescendo em croma e opacidade em direção à região gengival (Kolakarnprasert *et al.*, 2019).

O primeiro sistema de zircônia multicamada no mercado odontológico foi o Katana (*Kuraray Noritake*, Japão), com 4 tipos diferentes de blocos pré-sintetizados com estrutura de cor de 4 camadas cada bloco. São eles: *Ultra Translucent Multi-*

Layer - UTML, *Super Translucent Multi-Layer* - STML, *Yttria Stabilized Multi-Layer* - YML e *High Translucent Multi-Layer* - HTML. Assim, desde a sua primeira introdução no mercado odontológico, em fevereiro de 2015, este sistema monolítico de zircônia multicamada atraiu enorme atenção de pesquisadores (Kolakarnprasert, *et al.*, 2019).

Comercialmente, apresentam-se como blocos multicamadas para fresagem, aliando de forma graduada a alta resistência flexural na área de base da restauração e a alta translucidez na área incisal/oclusal para maior estética. Os blocos possuem não apenas variação de pigmentos, mas variação quanto a microestrutura, sendo a fase cristalina predominantemente cúbica. Com propriedades cada vez mais similares aos dentes, vê-se a ampliação das indicações desta geração da zircônia para áreas estéticas e a possibilidade da adesão com cimentação resinosa se faz desejada. (Güth *et al.*, 2019; Kreve; dos Reis, 2021)

Neste presente estudo, foi utilizada a zircônia monolítica multicamada (*EXPLORE ESTHETIC MULTILAYER* 4D), estabilizada parcialmente na fase cúbica, com 86,3 a 94,2% de ZrO_2, 5,8 a 9,7% de Y_2O_3 e a composição restante, entre outros óxidos, como óxido de alumínio (< 0,5%), óxido de ferro, óxido de érbio, óxido de háfnio. As especificações técnicas fornecidas pelo fabricante, apontam para o uso clínico em próteses cimentadas, *inlays/onlays,* facetas e coroas. Próteses multicamadas, conforme literatura, apresentam em média, mais de 48% de translucidez na incisal, com a quantidade de ítria de 5 mol% incorporadas à composição da zircônia e 43% de translucidez na base, com o teor de ítria reduzido para 4 mol% (4Y-TZP) para aprimorar as propriedades mecânicas (Güth *et al.*, 2019; Kang; Peng; Shimoe, 2020; Shirani *et al.*, 2021).

Portanto, atualmente, para melhorar a translucidez da zircônia, a estratégia é diminuir o teor de alumina enquanto aumenta o teor de ítria. No mercado, a tendência é a produção de discos CAD/CAM contendo 3Y-TZP mais resistente à fratura nas camadas inferiores e 5Y-PSZ mais translúcido na parte superior. Os materiais, com 50% de fase cúbica, apresentam uma diminuição nas propriedades mecânicas (CESAR *et al.*, 2024).

Considerando o processo de cimentação das restaurações de zircônia, recomenda-se não utilizar a cimentação tradicional, realizada com material opaco, para restaurar as zircônias translúcidas. Neste contexto, a cimentação adesiva é a mais indicada. A adesão está diretamente relacionada a longevidade de uma reabilitação protética. O sucesso clínico de cerâmicas de alta resistência, depende

fortemente da adesão aos dentes naturais e a outros materiais dentários e o tratamento superficial da cerâmica dentária é um dos fatores mais importantes para a melhoria da adesão (Blatz *et al.*, 2004; Buttino *et al.*, 2005; Güth *et al.*, 2019).

Restaurações aderidas por meio do cimento resinoso apresentam, segundo Malheiros, Fialho e Tavarez (2013, p.124), as seguintes características:

> […] excelente selamento interfacial, é praticamente insolúvel, permite a transferência da tensão gerada sobre a cerâmica à estrutura de suporte (esmalte, dentina, núcleos) conferindo uma maior resistência extrínseca da cerâmica e melhora o prognóstico em casos de pilares curtos, muito convergentes ou mesmo preparos que são, naturalmente, expulsivos (facetas), pois garante a retenção pela adesão.

Entretanto, a zircônia apresenta uma microestrutura cristalina ausente de fase vítrea e a compactação existente entre os cristais inviabiliza a obtenção de uma cimentação resinosa adesiva por meio de uma ligação química entre a zircônia e o cimento resinoso. Encontrar uma forma de criar irregularidades na superfície desta cerâmica, para a promoção de uma adesão química e micromecânica é desafiadora (Akyıl; Uzun; Bayındır, 2010; Malheiros, Fialho e Tavarez, 2013).

Para o professor Antonio Carlos Guastaldi, do Instituto de Química, UNESP, a adesão pode ser definida como uma propriedade físico-química das superfícies envolvidas e a rugosidade (morfologia) fornecerá maior ou menor área específica (área/volume) para que ocorra o referido processo de união. A melhor metodologia para promover uma união durável entre a estrutura da zircônia e dente ainda é desconhecida (Farhat, 2013).

Diversos métodos de adesão à zircônia foram descritos ao longo dos anos (Kern, Barloi, Yang, 2009; Ozcan, Nijhuis, Valandro, 2008; Takeuchi *et al.*, 2010). Incluem procedimentos que provocam alterações físicas na zircônia e/ou que resultam em algum tipo de interação molecular.

O jateamento utilizando partículas de óxido de alumínio é um dos métodos físicos mais pesquisados para aumentar a rugosidade da superfície da zircônia. Isso resulta em um aumento na interação mecânica e na área total de contato. Além desses benefícios, o processo também aumenta a energia da superfície e reduz a presença de contaminantes orgânicos, o que melhora a molhabilidade (Yang; Barloi; Kern, 2010; Valverde *et al.*, 2013).

Quigley *et al.* (2021), em uma revisão sistemática sobre a eficácia clínica de métodos de adesão à zircônia, concluiu que, para unir a zircônia com cimentação adesiva, o uso do jateamento com óxido de alumínio a 50 µm é atualmente o protocolo recomendado como tratamento de superfície.

Outro método que promove alterações físicas na cerâmica é uso de *laser*s. O *laser* compreende um procedimento que busca o aumento da rugosidade da superfície e a melhora do embricamento micromecânico através de um processo de ablação, onde as partículas são removidas por meio de microexplosões e vaporização. O *laser* Yb: YAG apresenta boa absorção e uma capacidade de usinagem de precisão da zircônia (Cavalcanti *et al.*, 2009; Dear *et al.*, 2008).

De acordo com a pesquisa de Sisti *et al.* (2011), a irradiação a *laser* Yb: YAG é um método que se destaca por ser eficiente, rápido e de baixo custo. No entanto, apesar dessas vantagens, é pouco empregado.

O *laser* de fibra de itérbio tem uma largura de banda de absorção capaz de reduzir os requisitos de gerenciamento térmico para *laser*s de diodo, uma vida útil longa e três a quatro vezes menor carga térmica por unidade de potência da bomba. Essas características tornam o *laser* Yb: YAG adequado para uma ampla variedade de aplicações, desde usinagem até microusinagem e tratamentos de superfície (Leone *et al.*, 2016; Mutluay *et al.*, 2016).

Ancorada nesses apontamentos, a expectativa do presente trabalho é trazer alternativas ao tratamento de superfície da zircônia que promova maiores interações físico-químicas sem danos à estrutura do sistema zircônia/dente. Será possível alcançar uma resistência adesiva confiável no sistema zircônia/dente através do tratamento da superfície da zircônia com feixe de *laser* Yb: YAG? A zircônia translúcida, modificada com *laser*, oferece maior possibilidade de adesão que possam levar ao aprimoramento da técnica e fazer com que o cirurgião dentista realize desgastes mínimos expulsivos nos dentes e trabalhe com segurança?

Assim, considera-se importante analisar tais questionamentos, uma vez que um número crescente de novas gerações de cerâmicas de zircônia monolíticas multicamadas ultratranslúcidas apresenta valores de translucidez superiores aos das cerâmicas comumente usadas para áreas estéticas (HARADA *et al.*, 2016).

Portanto, o objetivo geral deste estudo foi avaliar a resistência de união de um cimento resinoso a uma zircônia comercial multicamada modificada por feixe de *laser* Yb: YAG, buscando alternativa ao tratamento de superfície da zircônia com jato de

óxido de alumínio, alcançando maiores interações físico-químicas sem danos a estrutura do sistema zircônia/dente.

Esta pesquisa demonstra as interações que ocorrem na superfície da zircônia antes e após as modificações propostas e avalia a resistência adesiva em cada superfície aderida ao cimento resinoso, como em uma reabilitação protética nos dentes, utilizando a zircônia multicamada como material restaurador.

As análises realizadas detalham as características superficiais da zircônia em suas superfícies modificadas, incluindo difração de raios-X, rugosidade, microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de energia dispersiva de raios-X e molhabilidade. No entanto, não foram realizadas análises semelhantes das características superficiais da dentina.

As propriedades superficiais da dentina já estão amplamente fundamentadas na literatura científica. Estudos anteriores fornecem uma compreensão robusta dessas características (Ayad; Johnston; Rosenstiel, 2009; Fan-chiang *et al*., 2023; Perdigão *et al*., 2021; Özcan; Dündar; Erhan çömlekoğlu, 2012; Van Meerbeek *et al*, 2003). Para o contexto deste trabalho, a pesquisa concentrou-se em explorar as modificações de superfície da zircônia multicamada translúcida monolítica, um material de importância crescente na Odontologia

Logo, o estudo poderá fornecer subsídios para a compreensão das modificações promovidas por cada técnica de modificação de superfície da zircônia, influenciar métodos de modificação e, a partir dos resultados, contribuir para o aprimoramento da adesão a este material de alta relevância clínica.

2 OBJETIVO

Avaliar a resistência de união de um cimento resinoso a uma zircônia comercial multicamada modificada por feixe de *laser* Yb: YAG, buscando alternativa ao tratamento de superfície da zircônia que promova maiores interações físico-químicas, sem danos à estrutura do sistema zircônia/dente.

Como objetivos específicos:

- avaliar por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X, as alterações do feixe de *laser* Yb: YAG na zircônia multicamada e comparar com as alterações por jateamento com óxido de alumínio;
- avaliar por parâmetros de rugosidade as características de superfície das amostras de zircônia com a superfície modificada ou não;
- avaliar a molhabilidade nas amostras de zircônia com a superfície alterada com feixe de *laser* Yb: YAG e jato de óxido de alumínio, bem como sem qualquer alteração;
- avaliar em microscopia óptica a zircônia multicamada, em ambas as alterações realizadas e a dentina, após os testes de cisalhamento;
- obter parâmetros de resistência adesiva do cimento resinoso em dentina e na zircônia alterada com feixe de *laser* Yb: YAG e comparar com os parâmetros alcançados de resistência adesiva do cimento resinoso na zircônia alterada com jato de óxido de alumínio.

3 REVISÃO DA LITERATURA

Nota-se, cada vez mais comum na prática clínica diária, o procedimento conservador de aumento da dimensão vertical de oclusão (DVO), com próteses parciais monolíticas de zircônia multicamada suportadas por dentes. Trata-se de restaurações onde não houve perda de estrutura do dente por cárie, mas por situações em que há a presença do bruxismo e ou o consumo excessivo de alimentos ácidos (Al-zordk *et al.*, 2021; Leitão *et al.*, 2022; Lussi *et al.*, 2009; Moreira *et al.*, 2019).

Os danos à estrutura do dente com a perda da DVO são caracterizados por desgastes da camada de esmalte dos dentes posteriores, exposição de dentina e consequente perda de altura oclusal. A perda da DVO representa para o paciente a diminuição do terço inferior da face, intrusão dos lábios, queda do nariz. Afeta a harmonia facial e representa um envelhecimento precoce em pacientes adultos devido à perda de tônus muscular (Moreira *et al*., 2019).

Conhecidas como mesas ou facetas oclusais, essas restaurações dentárias oferecem uma abordagem minimamente invasiva, preservando a estrutura dentária saudável, a vitalidade da polpa e reduzindo a sensibilidade pós-operatória (Maeder, *et al.,* 2019; Zhang *et al*., 2020). Restauram a forma e a função adequadas para os dentes posteriores, restabelecendo a DVO. Trata-se de um tratamento odontológico altamente conservador e sensível à técnica de cimentação, devido à fina espessura da prótese e ao controle da umidade (Leitão *et al.*, 2022).

"Facetas oclusais minimamente invasivas feitas de zircônia, dissilicato de lítio ou resina composta com cor dentária podem ser recomendadas para restaurar dentes desgastados com dentina exposta” (MAEDER *et al.,* 2019, p. 21).

Güth *et al.* (2019) destacam as diferentes zircônias multicamadas, categorizando-as com base em propriedades ópticas e mecânicas distintas. O entendimento das indicações e limitações de cada tipo é crucial para a aplicação clínica adequada. Exemplos incluem discos com base 4Y-TZP para maior estabilidade e áreas incisais 5Y-TZP com maior translucidez para aprimoramento das propriedades ópticas. Diferentes combinações, formas de mistura e até partículas fluorescentes integradas são oferecidas por diversos fabricantes.

No estudo conduzido por Kang, Ping e Shimoe (2020), concluiu-se que para obter a precisão do resultado de cor e estética de diferentes tipos de cerâmica monolítica de zircônia multicamada, deve ser considerada além da espessura, a

avaliação do tipo, transparência e cor inicial dos blocos monolíticos durante a seleção da cerâmica de zircônia multicamada.

Shirani *et al.* (2021) estudaram as características ópticas das zircônias multicamadas. A zircônia multicamada possui diferentes composições da área incisal à gengival, mas com translucidez semelhante. As características ópticas diferentes em cada área eram baseadas em variáveis cromáticas somente.

Al-zordk *et al*. (2021) avaliaram o efeito de diferentes cerâmicas (dissilicato de lítio, zircônia e cerâmica infiltrada com polímero) cimentadas em dentina como facetas oclusais em molares, na resistência à fratura e no modo de falha. Pontuou que, as próteses oclusais que cobriam apenas a superfície oclusal, apresentaram uma diminuição nas tensões máximas na restauração e maior resistência à fratura do que a coroa de cobertura total e facetas oclusais que cobriam parcialmente as superfícies axiais. No entanto, foi observada falha adesiva, como o descolamento, nas restaurações de facetas oclusais de zircônia e menor índice de falhas catastróficas, devido à dificuldade de ligação à estrutura dentária.

A importância do tratamento da superfície da cerâmica de zircônia, a remoção de contaminação e a escolha dos agentes de união e cimentação é evidente. Pesquisas passadas sugerem a combinação de diferentes métodos para obter uma união adesiva satisfatória (Malheiros; Fialho; Tavarez, 2013).

No tratamento de superfície da zircônia com jato de óxido de alumínio, para Kern (2010), não está claro se toda a superfície de colagem é adequadamente condicionada. De acordo com este estudo, uma superfície de ligação com partículas aerotransportadas de forma incompleta diminuirá a resistência da ligação e poderá resultar em descolamento precoce. É preciso garantir que a superfície de colagem da prótese feita de cerâmica de zircônia tenha sido adequadamente desgastada por partículas transportadas pelo ar.

É importante compreender como a abrasão por partículas transportadas pelo ar é eficiente para a ligação na interface de zircônia e qual o seu efeito na resistência do policristal de zircônia tetragonal estabilizado com ítria. A abrasão por jateamento de óxido de alumínio pode promover transformação de fase tetragonal para monoclínica, dependendo do tamanho da partícula (Garcia Fonseca *et al.*, 2013).

Moradabadi *et al.* (2014) buscando compreender o mecanismo dominante na resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica de zircônia, concluíram que a adesão micromecânica foi um mecanismo mais eficaz do que a adesão

química. A abrasão por partículas transportadas pelo ar aumentou significativamente a resistência média da ligação ao cisalhamento em comparação com outros tratamentos de superfície químicos.

Menani *et al.* (2014) concluíram que cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizadas com ítria podem ser tratadas com ácido fluorídrico a 40% por 210 segundos, para aumentar a resistência de união com o cimento resinoso. Este estudo contribui para o entendimento dos fatores que afetam a adesão em restaurações odontológicas envolvendo zircônia, fornecendo informações valiosas para profissionais da área e direções para pesquisas futuras, entretanto, a metodologia utilizada não é clinicamente segura.

Araújo *et al.* (2018) pesquisaram grupos jateados com partículas de alumina revestidas com sílica por um dispositivo de jateamento de ar na cadeira (Microjato Standard, Bio-Art, Brasil). As amostras foram submetidas a ensaios de cisalhamento e, de acordo com os resultados, o grupo com revestimento de sílica deste estudo promoveu valores de resistência de união significativamente maiores. Foi encontrada maior molhabilidade com o cimento quando as cerâmicas foram submetidas ao protocolo de recobrimento com sílica.

Le, Larsson e Papia (2019) com objetivo de avaliar a resistência de união entre o cimento adesivo e a zircônia translúcida em comparação à zircônia convencional, realizaram o pré-tratamento da superfície de cimentação da zircônia com ácido fluorídrico e com o jateamento de óxido de alumínio. A resistência de união entre o cimento adesivo e a zircônia translúcida foi equivalente à da zircônia convencional e o jateamento criou uma superfície de cimentação mais durável do que a produzida ou tratada com ácido fluorídrico, independentemente do tipo de zircônia.

Altan, Cinar e Tuncelli (2019), ao avaliarem a resistência ao cisalhamento de materiais CAD-CAM monolíticos à base de zircônia ao cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície e compararem com a resistência ao cisalhamento nas mesmas condições da zircônia convencional, concluíram que a zircônia monolítica por possuir uma estrutura homogênea e tamanho de partícula menor que a zircônia convencional, apresentaram valores de resistência de união ao cimento resinoso mais elevados.

Em uma revisão sistemática, Scaminaci Russo *et al.* (2019) classificaram e analisaram os métodos e materiais existentes sugeridos para melhorar a adesão da zircônia ao substrato dentário com cimentos resinosos, explorando as pesquisas

realizadas de 2013 a 2018 em métodos de condicionamento de superfície com resultados previsíveis. A abrasão por partículas transportadas pelo ar e o revestimento triboquímico de sílica foram os métodos de pré-tratamento com mais evidências na literatura.

Samran *et al.* (2019) apontaram em sua pesquisa para a importância da limpeza das superfícies de zircônia durante protocolo de cimentação. Neste estudo, a abrasão por partículas transportadas pelo ar foi utilizada porque este método limpa a superfície de ligação, aumenta a rugosidade, a área superficial e a energia superficial e, portanto, a molhabilidade das superfícies de zircônia. O objetivo deste estudo in vitro foi avaliar a durabilidade e resistência de união de diferentes cimentos resinosos autoadesivos a cerâmicas de zircônia submetidas à contaminação, limpeza e envelhecimento. Como resultado, a resistência de união à tração para todos os espécimes contaminados pela saliva, diminuiu significativamente e durante 150 dias de armazenamento em água com termociclagem, todos os espécimes se descolaram espontaneamente.

Le, Larsson e Papia (2019) afirmam em seu estudo que o envelhecimento a longo prazo possa ser considerado desnecessário para futuros estudos, por não registrar impacto na resistência de união de uma zircônia jateada. Reforçam a importância do procedimento de jateamento em zircônia para aumentar a rugosidade da superfície. Relatam um maior intertravamento micromecânico do cimento resinoso adesivo à zircônia e concluem que um cimento a base de monômero funcional diidrogenofosfato (MDP) combinado com uma zircônia jateada, alcança uma resistência de união suficiente independente dos procedimentos de envelhecimento artificial.

O MDP se liga à hidroxiapatita e em compósitos e cimentos resinosos de forma estável, além de atuar como ligante entre compostos resinosos e óxidos metálicos melhorando a resistência de união à zircônia, sendo por isso considerado o padrão ouro para adesão em dentina (Lima *et al*., 2021).

Quigley *et al.* (2021) após revisão sistemática com o objetivo de reunir e analisar os dados clínicos disponíveis sobre as taxas de sobrevivência de restaurações de zircônia que dependiam principalmente de colagem de resina adesiva, recomendam a utilização de abrasão por partículas transportadas pelo ar de alumina a 50 μm, a uma pressão de 0,1 a 0,25 MPa, juntamente com uma resina adesiva contendo monômero de fosfato, como protocolo para a união da zircônia ao

dente, sob isolamento absoluto, até que novas pesquisas estejam disponíveis.

A irradiação com feixe de *laser* Yb: YAG, segundo Sisti *et al.* (2011), é um processo limpo, rápido, reprodutível, e economicamente viável para se obter modificações físico-químicas e morfológicas na superfície do titânio.

O estudo in vitro de Ural *et al.* (2010) comparou os efeitos de diferentes tratamentos de superfície e irradiação a *laser* na resistência ao cisalhamento do cimento resinoso à cerâmica de zircônia. As superfícies foram modificadas por irradiação com *laser* de CO_2, jateamento com óxido de alumínio de 110 μm e um terceiro grupo, por condicionamento com ácido fluorídrico à 9,6%. Quando estes espécimes foram comparados ao grupo controle, sem tratamento de superfície, os autores concluíram que somente o grupo que foi condicionado com *laser* obteve valores estatisticamente superiores na resistência de união do cimento resinoso com a cerâmica.

O *Laser* promove a conversão de energia eletromagnética em térmica. Quando aplicado a um substrato a energia do *laser* é absorvida. A irradiação a *laser* se torna outra possibilidade de condicionamento mecânico para promover o aumento da rugosidade superficial das cerâmicas de zircônia (Subaşi; Inan, 2012).

Em Farhat (2013), a irradiação da superfície da zircônia 3Y-TZP com *laser* Yb: YAG, proporcionou uma superfície com morfologia bastante modificada, porém com escurecimento da amostra (fazendo com que a estética do material fosse danificada) e perda de massa elevada, sugerindo alteração das dimensões originais da zircônia. A irradiação com feixe de *laser* Yb: YAG não alterou a estrutura cristalina, com manutenção da fase tetragonal e não apresentou formação de trincas na superfície da zircônia.

Como alternativa à abrasão por partículas de ar das cerâmicas de zircônia, Turp *et al.* (2014) utilizaram o ataque com *laser* de ítrio e alumínio dopado com érbio (Er: YAG) para aumentar a rugosidade superficial e promover melhor adesão aos agentes de cimentação resinosos. Porém, níveis elevados de energia de pulso e maior duração de pulso podem ocasionar um efeito indesejado nas características de fixação micromecânica, com redução da aspereza da superfície.

Os resultados de Esteves-Oliveira *et al.* (2016) com o uso do *laser* pulso ultracurto, Yb: YAG, estudado para o condicionamento de zircônia, em impulsos da ordem de 6 picossegundos, com potência de 9 W, foi a rápida remoção de pequenas quantidades de material que absorveram a energia do *laser* por superaquecimento,

sem danos mecânicos e térmicos consideráveis ao restante da amostra. A análise em microscopia eletrônica de varredura mostrou uma superfície áspera sem defeitos de superfície e após um mês de armazenamento em água, o tratamento a *laser* pareceu ser superior ao jateamento de alumina.

Os resultados experimentais demonstram que o tratamento com feixe de *laser* é adequado, destacando alta repetibilidade, precisão do processo, curto tempo de usinagem e a possibilidade de controlar facilmente os resultados do processo. No estudo de Guarino *et al.* (2018), o *laser* de fibra Yb: YAG é adotado porque é um dos materiais ativos a *laser* mais promissores e mais adequado para bombeamento de diodo. Na investigação, esta fonte foi adotada devido à boa absorção e à capacidade de usinagem de precisão da zircônia no comprimento de onda fundamental, à maior potência de pulso e à possibilidade de ter a potência máxima em todas as frequências.

Guarino *et al.* (2018) buscaram detectar os parâmetros de processo mais relevantes do feixe de *laser* Yb: YAG e como eles afetam a profundidade usinada, a taxa de remoção de material e a qualidade da superfície da amostra. Os resultados mostraram que a taxa de remoção de material depende principalmente da velocidade de varredura. Para restaurações dentárias, que requerem um maior valor de rugosidade em combinação com a maior taxa de remoção de material, é preferível utilizar alta velocidade de varredura, alto número de repetições e baixa distância. A pesquisa concluiu que o processo do uso do *laser* Yb: YAG garante uma boa repetibilidade e a tendência de manter a estrutura tetragonal do material de partida.

Abdullah *et al.* (2020), estudaram o efeito de tratamentos de superfície em zircônia, incluindo o feixe de *laser* e jato de óxido de alumínio na resistência ao cisalhamento de estruturas de zircônia e cerâmicas de revestimento. A difratometria de raios-X mostrou que a transformação de fase de tetragonal para monoclínica ocorreu após abrasão por partículas transportadas pelo ar. Este fenômeno não foi observado em amostras tratadas com *laser*. Os resultados indicaram que a resistência ao cisalhamento entre a estrutura de zircônia e a cerâmica de revestimento foi maior após tratamentos de superfície a *laser* do que após abrasão por partículas transportadas pelo ar.

Han *et al.* (2021) em um artigo de revisão, ofereceram uma visão geral dos desafios e do estado atual do uso de *laser*s para texturização superficial de cerâmicas à base de zircônia odontológicas, incluindo texturização de implantes de zircônia para melhorar a osseointegração, texturização de pilares de zircônia para reduzir a

inflamação peri-implantar e texturização de restaurações de zircônia para melhorar a retenção da restauração por adesão.

O processo de uso do *laser* para modificar a superfície da zircônia apresenta características como a ausência de contaminação durante o processamento e a formação de estruturas de superfície hierárquicas com padrões regulares que controlam a molhabilidade da superfície (Han *et al.,* 2021). É indispensável uma avaliação cuidadosa da influência do processamento a *laser* na resistência mecânica, bem como na estabilidade a longo prazo das cerâmicas à base de zircônia.

Bitencourt et al. (2021) realizaram uma revisão sistemática com meta- análise abrangendo estudos até setembro de 2020. O objetivo foi investigar os efeitos do tratamento a laser na rugosidade superficial da zircônia e na resistência de união entre a zircônia e cimento resinoso. Como resultado, concluíram a ausência de protocolo padronizado de *laser* aplicado para a superfície da zircônia, dificultando a comparação simples e direta entre os estudos.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

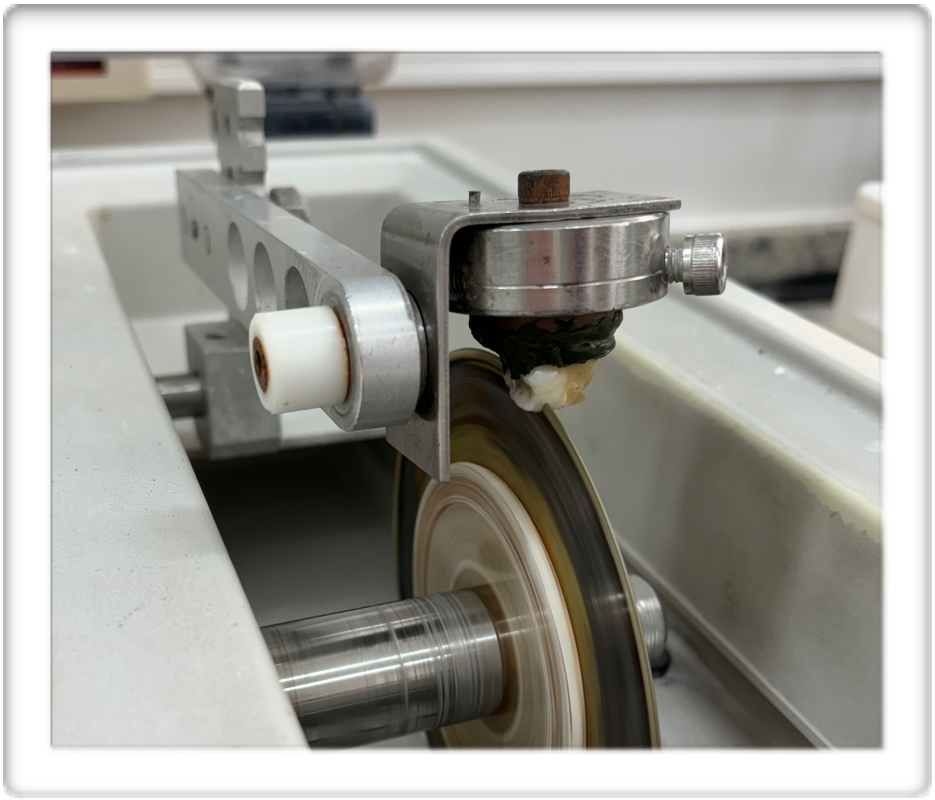
A escolha da metodologia desta pesquisa, fundamentada na literatura (Bonifacio, 2008; Albuquerque *et al.*, 2019; Kern, 2010; Shimaoka; Andrade; Carvalho, 2007), foi pensada com o intuito de trazer a experiência clínica para o ambiente do laboratório. A definição do tamanho das amostras de cada grupo foi orientada de acordo com análises laboratoriais e técnicas estatísticas.

4.1 PREPARO DAS AMOSTRAS DE DENTINA

Para a realização deste estudo foram selecionados dez molares permanentes humanos hígidos, cedidos pelo Banco de Dentes Humanos da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP) – Araraquara, após aprovação do Comitê de Ética em Pesquisas da UNESP - Faculdade de Odontologia - campus Araraquara (protocolo do parecer de aprovação 6.511.231 — anexo) e mantidos sob refrigeração em água destilada até o momento de sua utilização.

Os dentes foram cortados em cortadeira de precisão (*Isomet* 1000 *Precision Saw/Buehler* Ltd., *Lake Bluff*, IL, EUA –) no Laboratório de Preparo de Corpos de Prova do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral na Faculdade de Odontologia/USP, no sentido transversal da coroa, paralelamente à superfície oclusal, com o intuito de remover a porção oclusal de esmalte utilizando-se um disco de diamante (*Isomet Buehler* Ltd., *Lake Bluff*, IL, EUA) acoplado à cortadeira como ilustrado na Figura 1.

Figura 1 - Corte transversal na coroa do dente



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

Após os cortes, realizados como demonstrado pela Figura 1, a porção referente à face oclusal das amostras foi desgastada em lixadeira (Politriz Ecomet 3 - *Buehler* Ltd, *Lake Bluff*, IL, EUA) com lixa de granulação 120, sob refrigeração, até que toda porção de esmalte fosse removida e a dentina mais superficial exposta, padronizando dessa forma a profundidade de dentina de todas as amostras. A padronização da *smear layer* foi realizada com o auxílio de lixa de granulação 600, sob refrigeração, durante 1 minuto em uma máquina de polimento automática (Ecomet 3000; *Uzwil*, Suíça). Deste modo foram obtidas 10 estruturas planas de dentes com a dentina exposta, formando o Grupo D, que se mantiveram sob refrigeração em água destilada até o momento do preparo para os testes mecânicos.

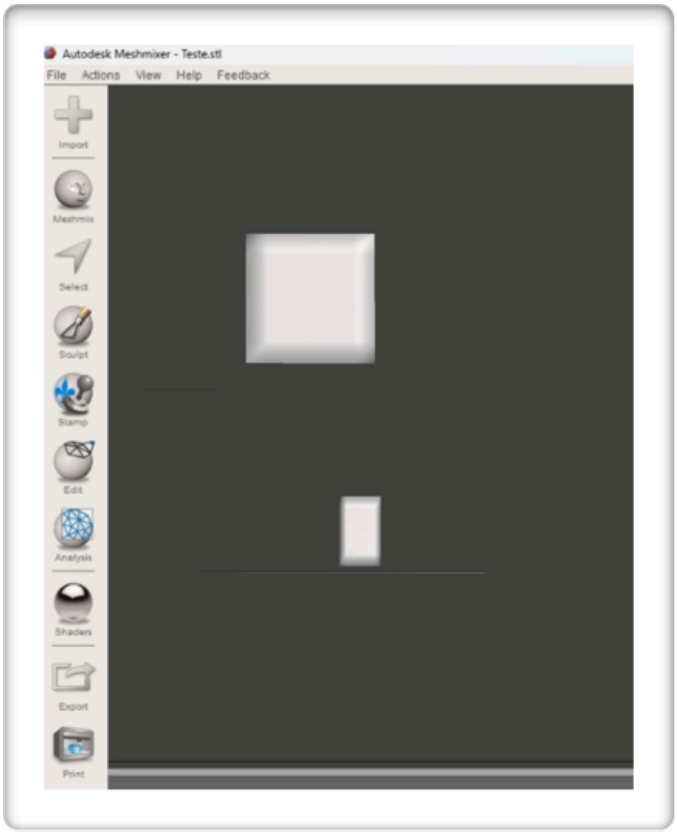
4.2 PREPARO DAS AMOSTRAS DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA

Blocos de Zircônia monolítica multicamada *EXPLORE ESTHETIC MULTILAYER* 4D (*Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd.* China) foram

projetados e usinados através do sistema CAD/CAM, com o desenho e manufatura assistidos pelo computador, no laboratório A2 PRÓTESES ODONTOLÓGICAS.

Um modelo do corpo de prova foi desenvolvido virtualmente nas dimensões 5 x 5 x 3mm, através de um *software* CAD de modelagem 3D (*Autodesk Meshmixer)*, gerando o arquivo stl no formato de arquivo de geometria de mosaico padrão (Figura 2).

Figura 2: *Autodesk Meshmixer*



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

Este arquivo foi repassado para um *software* específico (*Zirkonzahn Nesting*) e, após ser processado e estruturado de acordo com o sistema de fresagem, a informação foi enviada para uma unidade CAM (Fresadora *Milling Unit M1 Zirkonzahn*) (Figura 3 e 4).

Figura 3 - *Zirkonzahn Nesting Software*



Fonte: Zirkonzahn, 2024

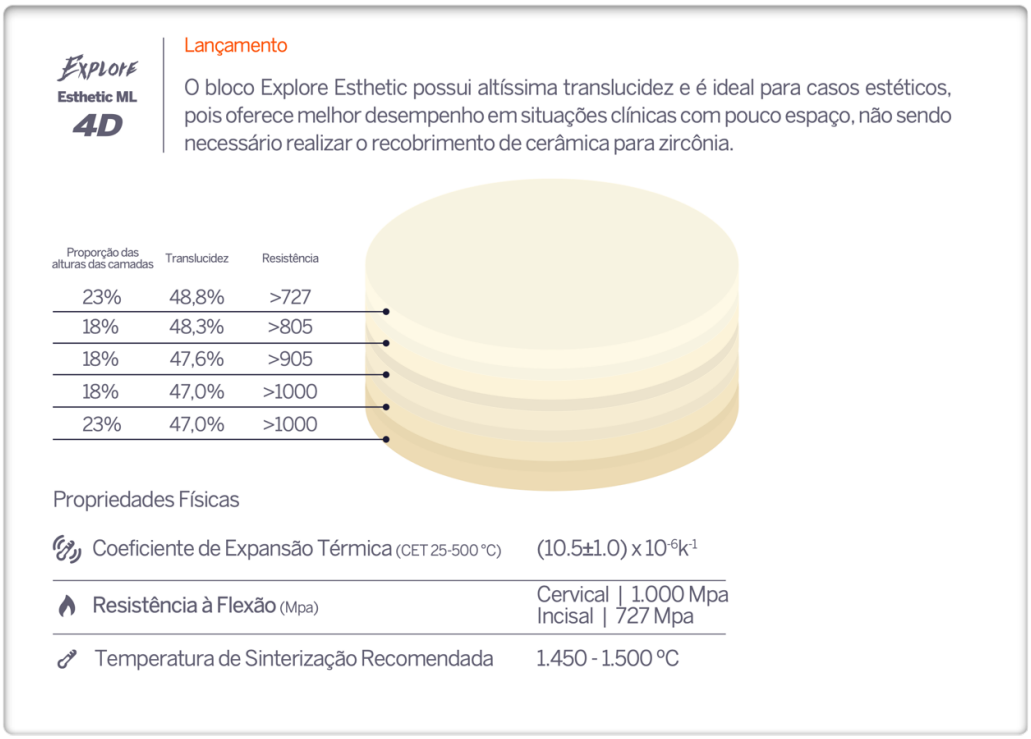
Figura 4 - Sistema CAM Fresadora M1 *Zirkonzahn*



Fonte: Labobraprima, 2024

Nas Figuras 2, 3, e 4 está ilustrado o sistema CAD/CAM por onde o corpo de prova de zircônia foi elaborado. Os espécimes da zircônia multicamada foram obtidos a partir de blocos cerâmicos na sua forma pré-sinterizada (Figura 5).

Figura 5 - Bloco de zircônia *EXPLORE ESTHETIC* 4D *MULTILAYER*

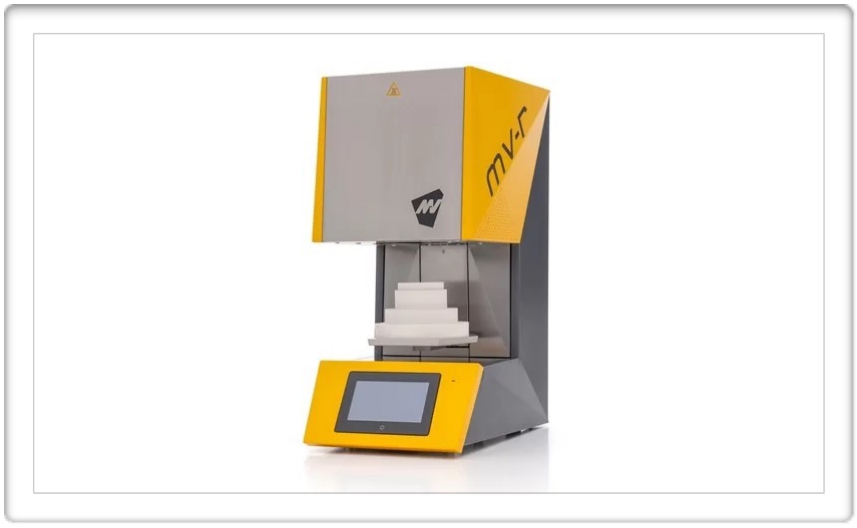


Fonte: Talma, 2024

Na Figura 5 está ilustrada as informações das propriedades de cada camada segundo o fabricante, com uma resistência cervical de até 1000 MPa. A zircônia é importada e distribuída pela empresa Talmax Produtos de Prótese Dentária Ltda.

Após o processo de fresagem do bloco pré-sinterizado, os espécimes de zircônia seguiram para sinterização em forno específico do sistema (mv-r 7204000100 MIHM VOGT) (Figura 6).

Figura 6 – Forno de Sinterização mv-r 7204000100 MIHM-VOGT



Fonte: Besser, 2024

Na Figura 6 uma representação do forno de sinterização de zircônia para laboratórios de próteses dentárias. A sinterização dos espécimes ocorreu por 8 horas à temperatura de aproximadamente 1500 ºC.

Foram obtidos 25 espécimes de zircônia multicamada, na forma sinterizada, tal qual é utilizada clinicamente, com as dimensões finais de 5 x 5 x 3 mm.

Após os procedimentos de limpeza laboratorial, 20 corpos de prova foram divididos em dois Grupos, Z1 e Z2. O Grupo Z1 foi submetido ao tratamento superficial com feixe de *laser* Yb: YAG (*Laser System* OmniMark 20F, OmniTek Tecnologia, São Paulo, SP, Brasil) e a outra metade dos corpos de prova, pertencentes ao Grupo Z2, teve sua superfície jateada com partículas de óxido de alumínio de 50μm (Microjato *Standard*, Bio-Art, São Carlos, SP, Brasil). O restante dos espécimes de zircônia produzidos, compõe o Grupo Z e permaneceram com a superfície inalterada para análises laboratoriais.

4.2.1 *Laser* Yb: YAG

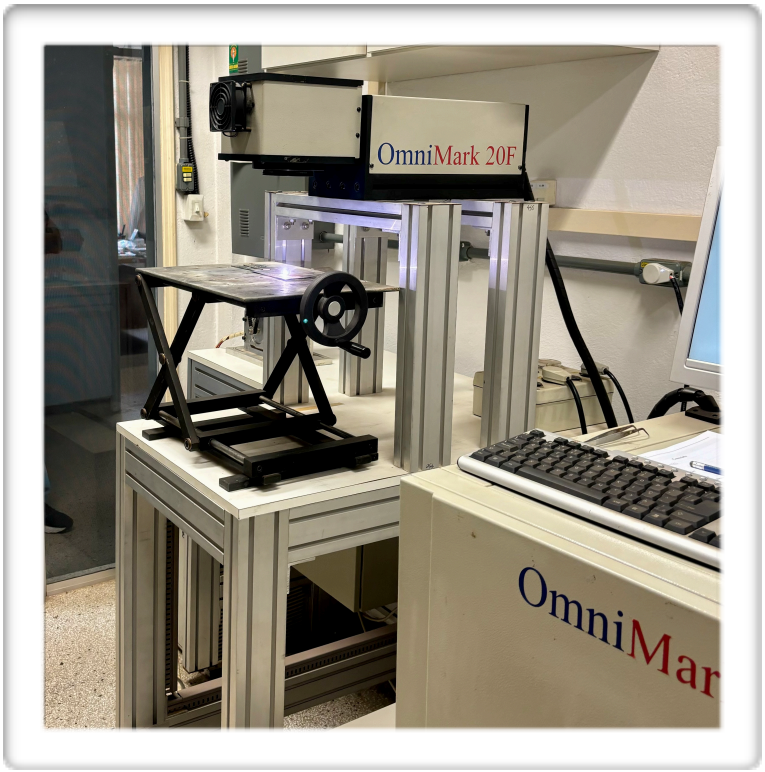
Depois de confeccionados, os espécimes de zircônia foram separados para a composição do Grupo Z1. No total, 10 espécimes de zircônia foram irradiados com feixe de *laser* Yb: YAG pulsado, em atmosfera ambiente, com distância focal fixa de 170 mm e o feixe de *laser* focado diretamente perpendicular ao centro da amostra. A irradiação ocorreu no Departamento de Química do Instituto de Química da UNESP de Araraquara, com parâmetros já estabelecidos pela máquina. A distância focal, a velocidade de varredura, o espaçamento entre as varreduras e o diâmetro do feixe eram fixos e pré-estabelecidos pelo fabricante do equipamento (Tabela 1 – Figura 7)

Tabela 1 — Parâmetros de irradiação Yb-YAG

Laser Power (0-255)	250
Pulse Frequency (20-250 khz)	35
Speed	160
Apply GST1 Above	0,1
KGST1	150
GST3	120
Angle	90
MarkLogo	1:100

Informações apresentadas pela máquina

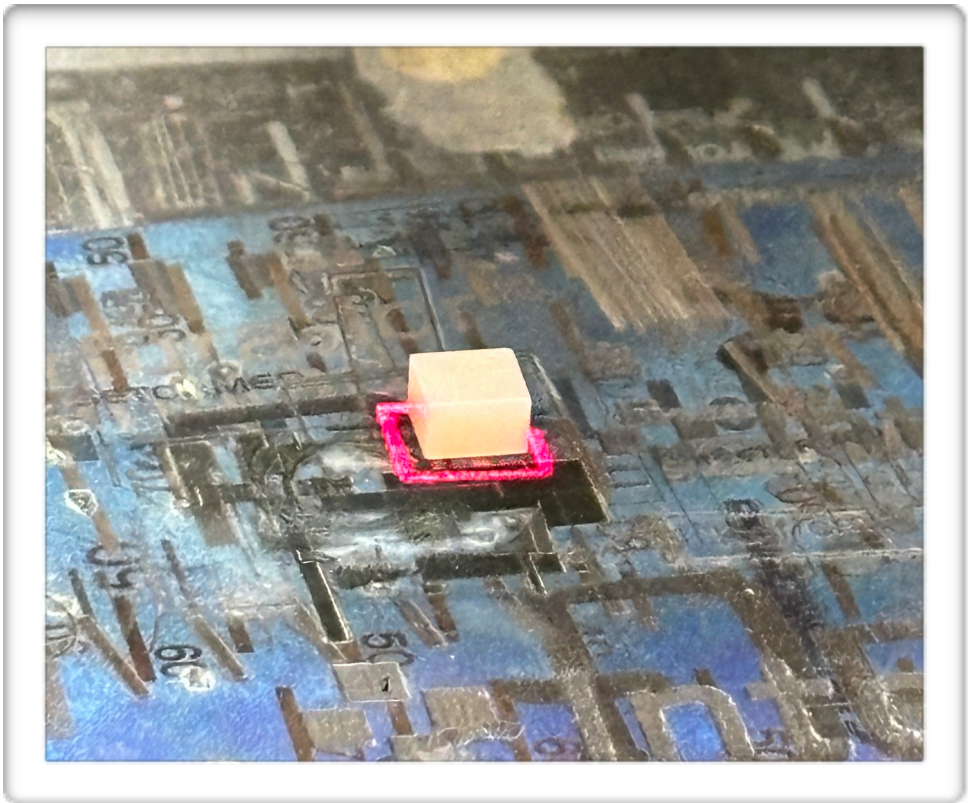
Figura 7 - *Laser* OmniMark 20F



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

A Tabela 1 descreve os dados apresentados pela máquina e a Figura 7, o registro no momento da irradiação de um espécime de zircônia. As amostras de zircônia foram colocadas sobre uma pequena placa metálica na plataforma-base, onde o feixe de irradiação foi centralizado automaticamente (Figura 8).

Figura 8 - Centralização do feixe de irradiação



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

Na Figura 8, o feixe de luz circundando o espécime, indica a centralização da amostra. Depois de irradiados os espécimes foram lavados em cuba ultrassônica (*Ultra Sonic Cleaner, Unique*, São Paulo, SP, Brasil) por 5 minutos em álcool absoluto, 5 minutos em água destilada e secos em seguida.

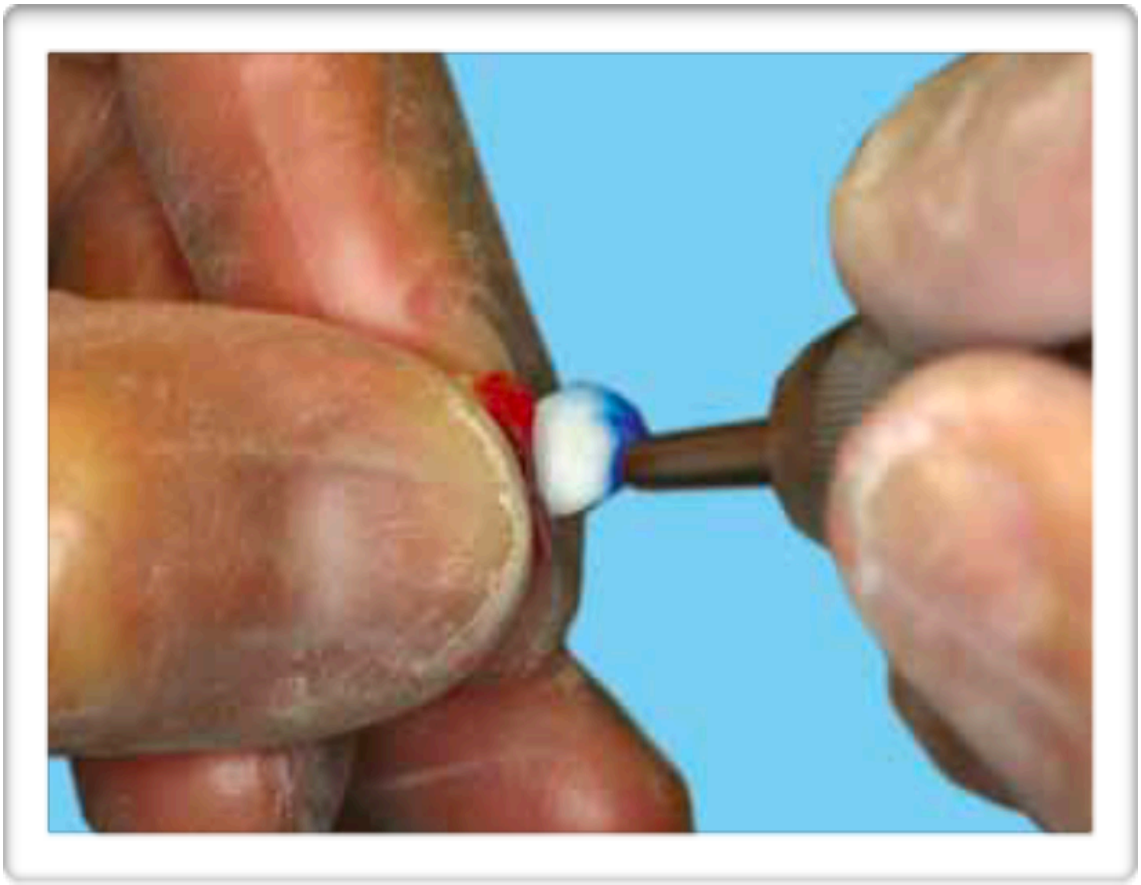
4.2.2 Jato de Óxido de Alumínio

Para a composição do grupo de amostras de zircônia jateadas com óxido de alumínio, Grupo Z2, foram selecionados 10 corpos de prova de zircônia. A fim de assegurar a uniformidade do jateamento na amostra de zircônia, toda a superfície foi

pintada com um marcador permanente (*Sharpie*, USA) para verificar visualmente se o jateamento ocorreu de forma homogênea em toda a extensão da superfície.

Partículas de 50 µm de óxido de alumínio (Bio-Art, São Carlos, SP, Brasil), a uma distância de 10 mm e pressão de 4 ~ 5,5 bar foram jateadas de maneira sistemática até que a cor pintada na base do corpo de prova da zircônia fosse completamente removida (Figura 9).

Figura 9 - Superfície de zircônia pintada para jateamento.



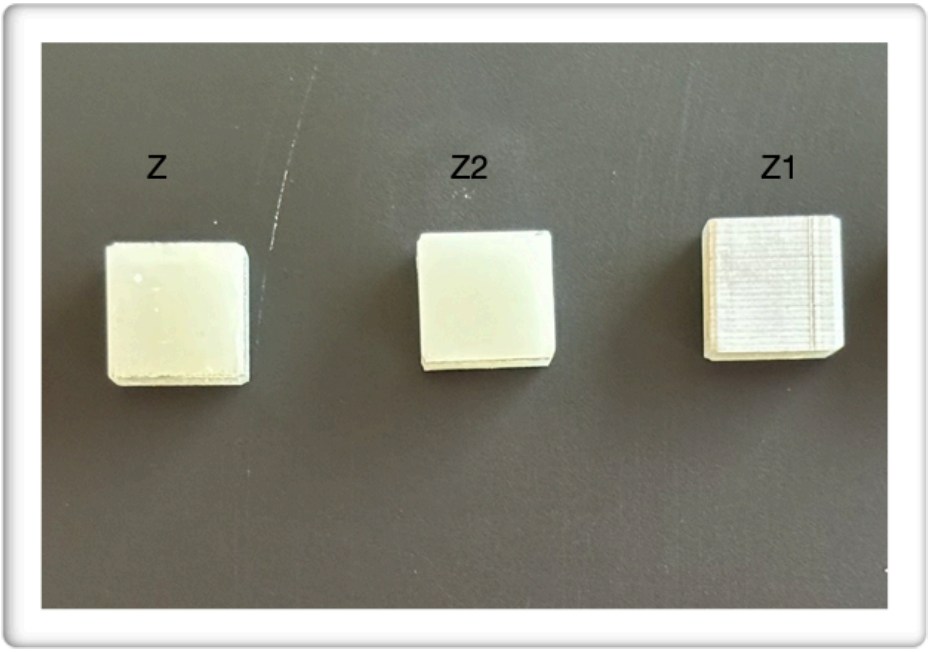
Fonte: Kern, 2010

Depois de jateados, para remover quaisquer partículas que não estejam firmemente aderidas à superfície de cimentação, os espécimes foram lavados por 5 minutos em cuba ultrassônica (*Ultra Sonic Cleaner, Unique*) com água destilada e secos.

4.2.3 Análise das características superficiais

Na Figura 10, podemos observar um exemplo de cada fase descrita acima no preparo dos espécimes da zircônia multicamada.

Figura 10 - Exemplo de cada etapa realizada



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

O exemplo de cada etapa realizada, ilustrado na Figura 10, mostra da esquerda para a direita, o espécime de zircônia sinterizado (Z) e os espécimes de zircônia com suas superfícies modificadas por jateamento de óxido de alumínio (Z2) e irradiação a *laser* Yb - YAG (Z1).

Antes e após a modificação de superfície dos corpos de prova de zircônia multicamada, as seguintes características superficiais foram analisadas: a estrutura cristalina, alteração de fase cristalográfica e dos elementos de composição, rugosidade, topografia, morfologia, alterações dimensionais e molhabilidade. Para estas análises utilizou-se a difração de raios-X, instrumento para medição de rugosidade de superfície, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS), microscopia óptica e os ensaios de molhabilidade.

4.2.3.1 Difração de Raios-X

Para uma compreensão das transformações cristalográficas e das propriedades estruturais e químicas das superfícies nos espécimes de zircônia, utilizou-se a difração de raios-X (DRX). Amplamente utilizada na caracterização de materiais cristalinos, a análise dos padrões de difração resultantes nos espécimes de zircônia, fornece informações sobre a estrutura cristalina do material, incluindo parâmetros de rede, orientação cristalina e possíveis defeitos cristalinos.

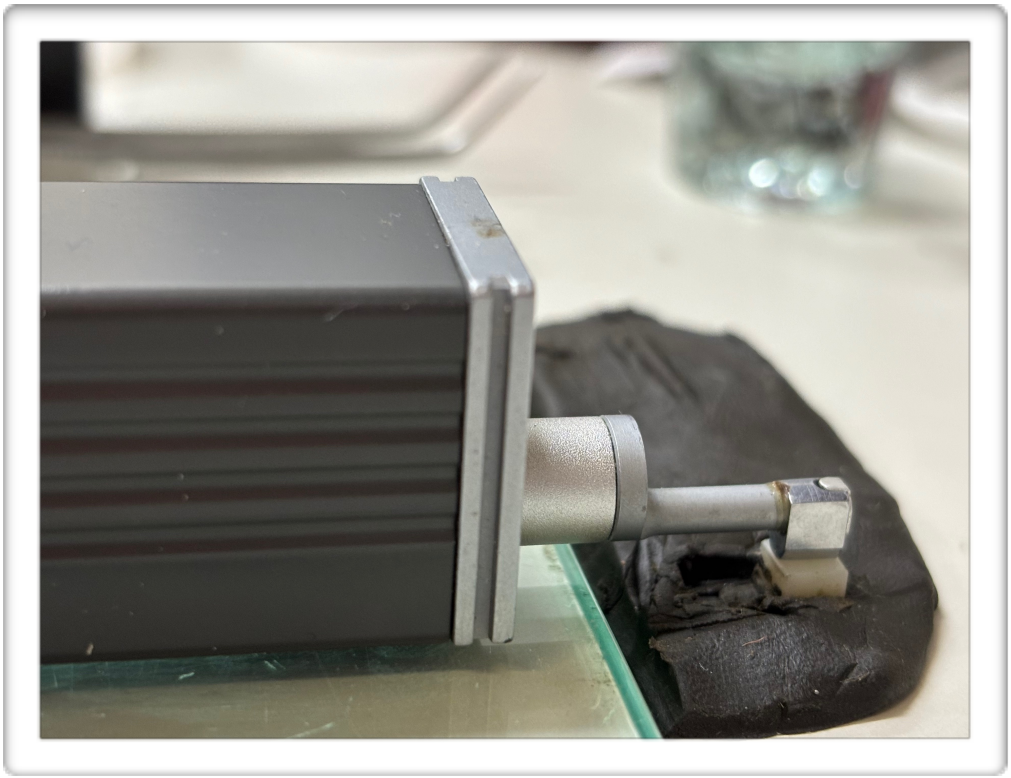
Após serem submetidos aos tratamentos de superfície definidos para cada grupo, os corpos de prova foram examinados por difratometria de raios-X no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/USP através do modelo Rint 2000, Marca Rigaku, na potência de 40 kV 20 mA e passo de 0.04^0 por 3 segundos, a fim de se observar a fase cristalográfica da zircônia existente em cada amostra e comparar as alterações que os tratamentos de superfície provocaram. A identificação de fase foi realizada utilizando o banco de dados *powder diffraction file* (PDF).

Duas amostras de cada grupo de zircônia foram analisadas e nomeadas da seguinte maneira: a1/a2 virgem para as amostras de zircônia de superfície inalterada (Grupo Z), a1/a2 com *laser*, para as amostras de zircônia irradiadas com feixe de *laser* Yb: YAG (Grupo Z1) e a1/a2 jato para as amostras de zircônia com a superfície modificada por jato de óxido de alumínio (Grupo Z2).

4.2.3.2 Rugosidade de Superfície

A rugosidade de superfície e topografia foram avaliadas por um rugosímetro portátil (*Mitutoyo* SJ - 201) no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/USP. Duas amostras (a1 e a2) de cada grupo de zircônia, Grupo Z, Z1 e Z2 tiveram sua superfície analisada (Figura 11).

Figura 11 - Análise da rugosidade de superfície



Fonte: Elaborada pela autora, 2024

Os parâmetros de avaliação da rugosidade foram:

- Rugosidade média da superfície (Ra);
- Rugosidade máxima (Ry);
- Rugosidade média quadrática (Rq).

Duas áreas de cada amostra foram lidas pelo rugosímetro portátil, gerando parâmetros na horizontal e na vertical. A média das duas áreas das duas amostras avaliadas foi calculada como resultado de cada parâmetro.

4.2.3.3 Microscopia

Análises em microscopia foram realizadas nos corpos de prova de zircônia com o intuito de obter informações quantitativas, morfológicas e dimensionais precisas sobre a superfície da amostra, incluindo detalhes de tamanho, forma, distribuição e padrões de características superficiais.

Uma amostra de cada grupo de zircônia multicamada (Z, Z1, Z2) foi analisada em MEV no Instituto de Química da UNESP de Araraquara. Leituras no microscópio eletrônico de varredura de duplo feixe (Microscópio de Duplo Feixe *Helios NanoLab 600i, FEI, Company, USA*) forneceram análises qualitativas das superfícies da zircônia nos diferentes estágios:

- antes de qualquer modificação de superfície realizada;
- após as modificações com o feixe de *laser* Yb: YAG e limpeza;
- após o jateamento com óxido de alumínio e limpeza.

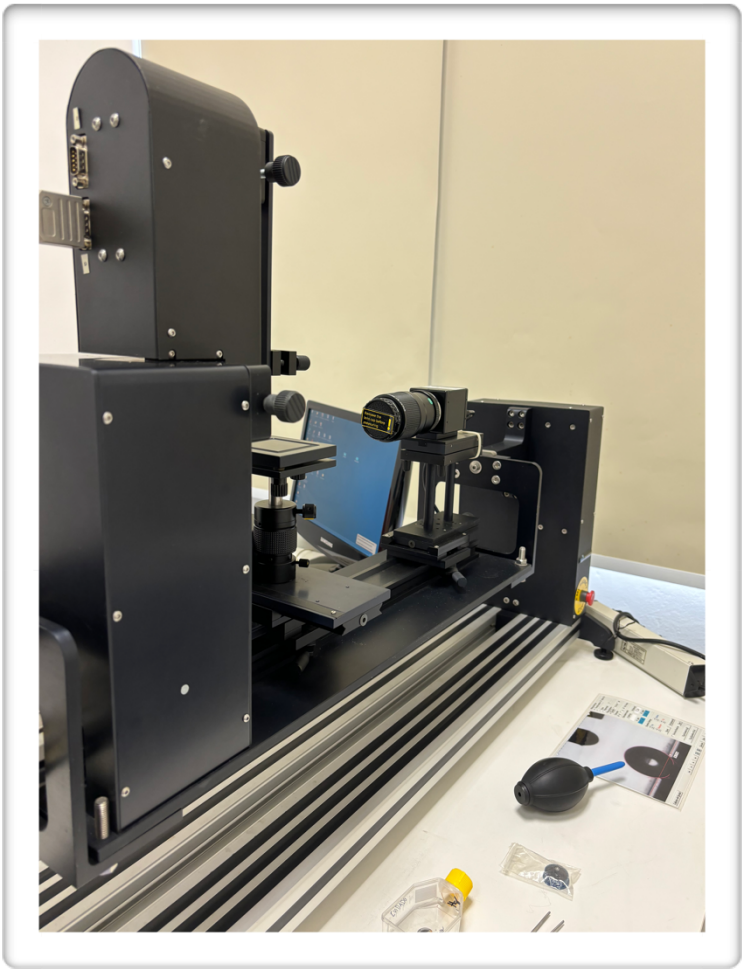
O teor de ítrio também foi investigado nas superfícies da zircônia do Grupo Z, Z1 e Z2, por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) integrada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), uma análise semiquantitativa que permite identificar o elemento químico presente na amostra.

Uma das amostras de cada grupo de zircônia multicamada (Z, Z1, Z2), que foi avaliada pelo rugosímetro, também foi analisada por microscopia óptica (Olympus BX51M) no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/ USP.

4.2.3.4 Molhabilidade

A molhabilidade foi realizada no Instituto de Física da Universidade de São Paulo – USP, no Departamento de Física Aplicada e determinada usando a medição do ângulo de contato da água com a amostra em um goniômetro (goniometria de ângulo de contato) (KSV *INSTRUMENTS* LTD CAM 200 – Finlândia). Além da água, também foi aplicado o mesmo primer usado na preparação das amostras de zircônia para adesão (*Clearfil™ Ceramic Primer Plus Kuraray Noritake Dental Inc.)*. Está ilustrado na Figura 12 o equipamento utilizado.

Figura 12 - KSV *Instruments* LTD



Fonte: Elaborada pela autora, 2024

Os testes de molhabilidade nas amostras de zircônia com diferentes modificações, foram realizados para observar as interações das superfícies com a água e o primer (a energia livre de superfície) e levantar dados que possam refletir nos resultados da resistência de adesão com o cimento resinoso.

Uma microseringa foi usada para colocar uma gota de aproximadamente seis microlitros na superfície de cada uma amostra do Grupo Z, Z1 e Z2. No Grupo Z1, a medição do ângulo de contato foi realizada com a amostra posicionada de duas maneiras, perpendicular (registrado como vertical) e paralela (registrado como horizontal) ao feixe de *laser* que varreu a amostra.

Com uma câmera de alta resolução, acoplada ao sistema, foram registrados, a partir dos primeiros 10 segundos, os ângulos formados em dois lados de cada gota na amostra, em um total de 15 registros em 15 segundos. Um filme para água e outro para o primer também foram realizados por 64 milissegundos e registrados 94 quadros da gota água e 180 quadros da gota primer, gerando um tempo total de aproximadamente 6 e 12 segundos de filme, respectivamente.

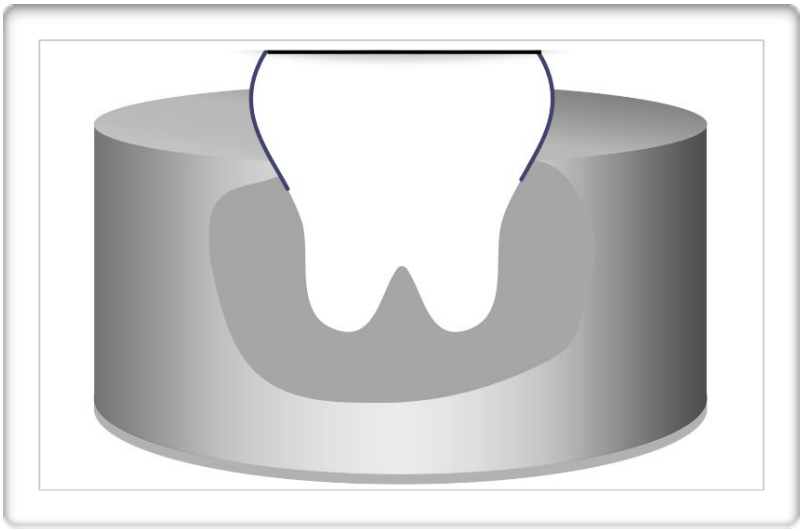
Dez gotas foram depositadas na superfície de cada amostra e os registros e filmagens, foram levantados para cada tipo de gota. Para cada um dos quinze registros o ângulo de contato foi medido em dois lados opostos pelo *software* de análise de imagem do equipamento e a média dos ângulos, o ângulo médio, foi relatada como uma única medição. Controlado por um único investigador, a média dos 15 ângulos médios por gota resultou em dez medições obtidas por amostra e a média destas dez medições e seu desvio padrão, foi relatada em cada grupo.

4.3 PROCEDIMENTOS DE PREPARO PARA OS ENSAIOS MECÂNICOS

4.3.1 Grupo D

Após o corte dos molares e exposição de dentina, os dentes humanos foram incluídos em resina acrílica incolor no interior de um cilindro base cobrindo a região das raízes e deixando a coroa paralela a superfície como ilustrado na Figura 13.

Figura 13 - Preparo - Grupo D



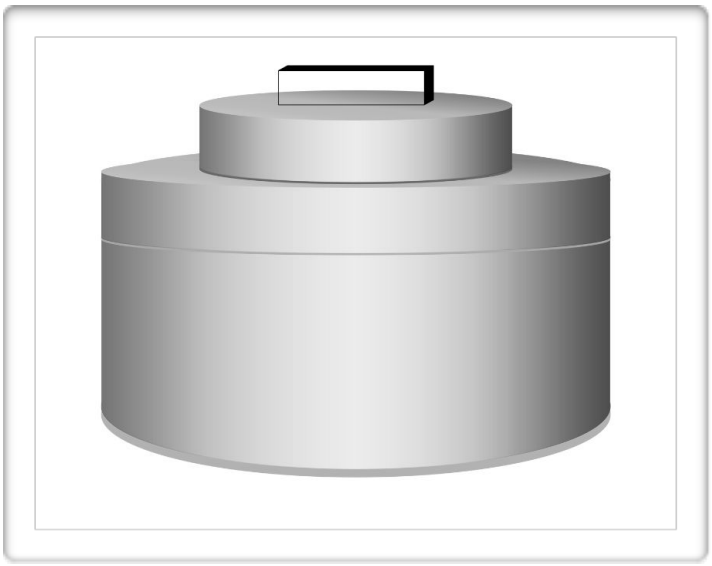
Fonte: Imagem produzido em Canva pela autora, 2024

Durante a polimerização química da resina, o conjunto (ilustrado na Figura 13) foi deixado imerso em água destilada, inibindo o aquecimento.

4.3.2 Grupo Z1 e Z2

Após as modificações de superfície e análises estruturais realizadas, os espécimes de zircônia multicamada do Grupo Z1 e Z2 foram unidos em tubos preenchidos com resina acrílica transparente (Jet Acrílico Autopolimerizável: Artigos Odontológicos Clássico. São Paulo - SP) com a mesma resina acrílica como ilustrado na Figura 14.

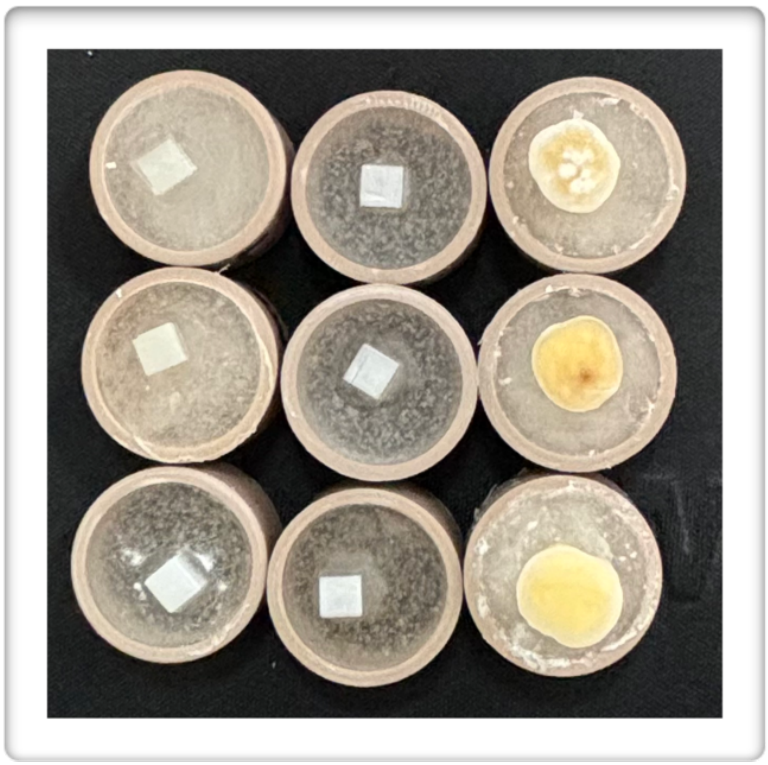
Figura 14 - Preparo - Grupo Z1/ Z2



Fonte: Imagem produzido em Canva pela autora, 2024

Na Figura 15, uma foto ilustrando um exemplo de parte de cada grupo pronto para a cimentação, alinhado verticalmente.

Figura 15 - Corpos de prova para cimentação



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

4.4 PROCEDIMENTOS PARA CIMENTAÇÃO

As bases dos 20 corpos de prova de zircônia, devidamente limpos, receberam a aplicação de um agente acoplador de silano (*Clearfil™ Ceramic Primer Plus Kuraray Noritake Dental Inc.).*

Os 10 corpos de prova de dente, devidamente limpos, receberam, na face plana preparada de dentina exposta, o pré-tratamento de superfície, conforme instrução do fabricante do cimento resinoso de presa dual (*Panavia F 2.0, Kuraray Medical Inc.)*. Os corpos de prova de zircônia multicamadas e os corpos de prova de dentina foram aderidos em tubos de silicone (PERFITÉCNICA, loja Synth, Diadema/ SP), com diâmetro interno de 0,75 mm, espessura das paredes de 0,45 mm e altura de 0,5 mm para a delimitação da área adesiva. Os tubos de silicone foram fixados com fita adesiva dupla face ácido resistente (Fita dupla-face de polipropileno 0,05 mm de espessura – Tectape, Manaus/AM, BR) recortada em dimensões suficientes para recobrir a superfície de cada amostra. Cada fragmento de fita recebeu de duas

(Grupo Z1 e Z2) a quatro perfurações circulares (Grupo D) alinhadas de 0,72 mm de diâmetro, realizadas com um perfurador de lençol de borracha (Figura 16 - 18).

Figura 16 - Cortes do tubo de silicone



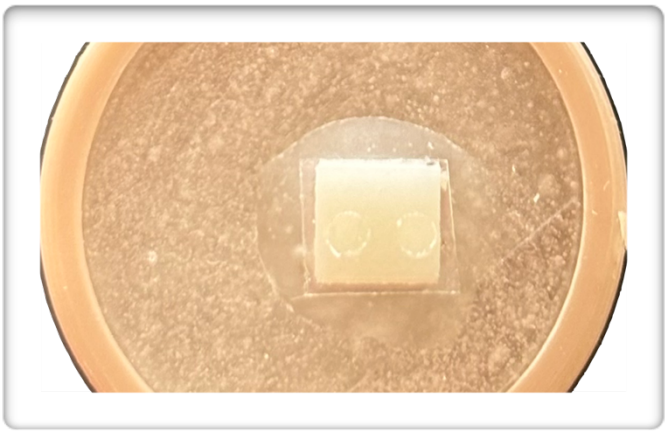
Fonte: Imagem cedida pela Dra. Isabela S. Savo, 2024

Figura 17 - Perfuração da fita dupla face



Fonte: Shimaoka; Andrade; Carvalho, (2007, p. 43)

Figura 18 - Fita adesiva perfurada aderida ao corpo de prova



Fonte: Elaborado pela autora, 2024.

Uma face adesiva da fita foi aderida ao corpo de prova, delimitando a superfície de cimentação com diâmetro de 0,72 mm, como visto na Figura 18. Na outra face da fita, em cada perfuração realizada, foi posicionado o tubo de silicone de forma que seu diâmetro interno coincidisse com a perfuração da fita.

O cimento resinoso de presa dual foi inserido em cada tubo de silicone e tiras de poliéster e lâminas de vidro foram colocadas no topo dos cilindros para pressionar o excesso de cimento e inibir o contato com o oxigênio. Em seguida, os cimentos resinosos foram deixados autopolimerizar por 3 minutos e depois fotoativados (*VALO™ Cordless 400mAh - Ultradent Products Inc., USA*).

Todos os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37 ºC por 24h

4.5 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

A resistência de união foi avaliada por ensaios mecânicos, utilizando testes de cisalhamento na interface de adesão da zircônia multicamada de superfície alterada com feixe *laser* Yb: YAG, com o cimento resinoso e, comparadas com os testes de cisalhamento na interface de adesão da zircônia de superfície alterada com jato de óxido de alumínio de 50 µm, com o cimento resinoso. Testes de cisalhamento também foram realizados na interface de adesão da dentina com o cimento resinoso.

O Teste de resistência de união ao cisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaios mecânicos (INSTRON, USA), após 24 horas de armazenamento úmido a 37°C, no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da Faculdade de Odontologia/ USP. Os corpos de prova de dentina e zircônia foram encaixados em uma matriz metálica perpendicular ao longo eixo da máquina de testes. Um fio ortodôntico de aço inoxidável com 2 mm de diâmetro (*Morelli Orthodontics*; Sorocaba, Brasil) foi fixado na extensão superior da célula de carga da máquina de 1 kN. Esteve simultaneamente em contato com o semicírculo inferior dos cilindros de cimento resinoso e com a superfície da dentina ou zircônia. O teste foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min (Figura 19)

Figura 19 - Ensaio mecânico



Fonte: Elaborado pela autora, 2024

A tensão ao cisalhamento foi determinada pelo cálculo da força máxima realizada pela máquina até a fratura, dividida pela área da superfície cimentada. As superfícies fraturadas foram analisadas em microscopia óptica (Olympus BX51M) no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/ USP, para a classificação das fraturas em fratura adesiva (quando a fratura ocorre na superfície adesiva), coesiva (nesta pesquisa, quando a fratura ocorre ou no cimento resinoso, ou removendo parte da superfície da amostra, sendo mantida a adesão entre as superfícies) ou mista (quando ambas as fraturas, adesiva e coesiva estão presentes). Os dados foram coletados para registro das diferenças estatísticas significantes.

4.6 DADOS ESTATÍSTICOS

Foi empregada para as variáveis de rugosidade e molhabilidade, a análise de variância (ANOVA) simples a 1 Fator em três níveis (comparados os grupos Z, Z1 e Z2), previamente pressupostos a distribuição normal e a hipótese de igualdade entre as médias, com variância constante (homocedasticidade), verificados pelo teste de Shapiro-Wilk e Levene, respectivamente. Pós-teste de *Tukey*, complementando ANOVA, identificaram as diferenças particulares entre as médias. O nível de significância foi estabelecido em 0,05 e o *software* estatístico utilizado foi o Excel para MAC (Versão 16.85).

Para as variáveis da resistência adesiva ao cisalhamento, considerando o número pequeno de amostras, foi utilizado o Teste T de *Student*, comparando os grupos Z1, Z2 e D, dois a dois após o Teste F testar a homogeneidade das variâncias. A ideia proposta pela hipótese nula (Ho) é de que não exista diferença entre as tensões de cisalhamento. O nível de significância foi estabelecido em 0,05 e o *software* estatístico utilizado foi o Excel para Mac (Versão 16.85).

5. RESULTADOS

5.1 AMOSTRAS DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA SEM ALTERAÇÃO DE SUPERFÍCIE - GRUPO Z

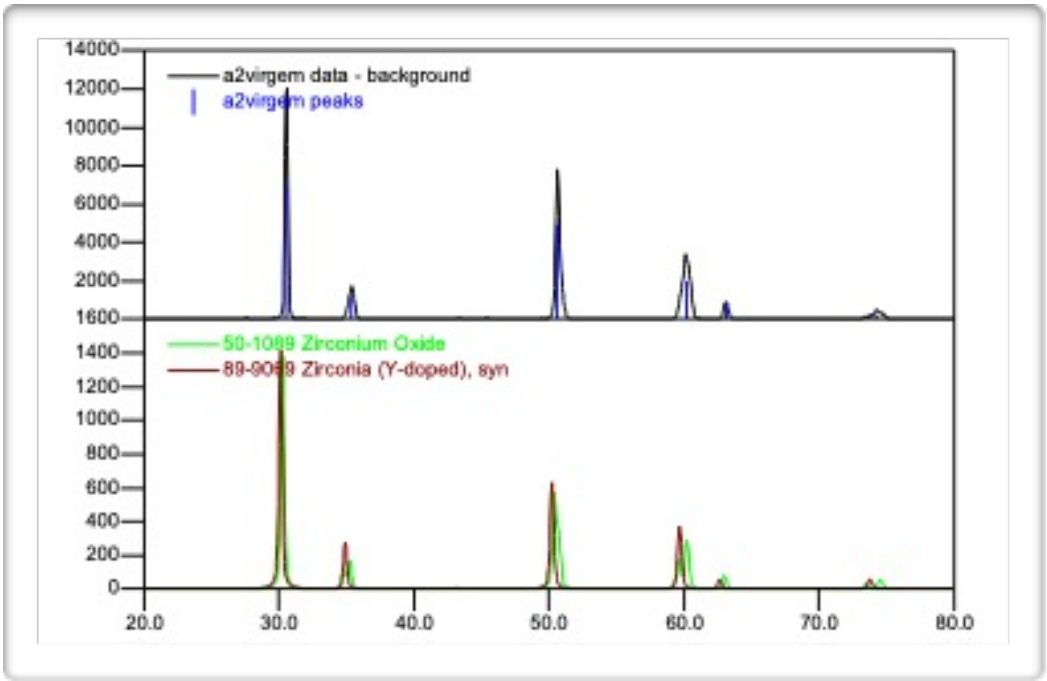
Cinco corpos de prova de zircônia multicamada sem alteração de superfície foram separadas para análises laboratoriais. Em uma das amostras, foi realizada a MEV e a análise elementar em EDS. Outra amostra foi destinada para a análise de molhabilidade. Duas outras amostras foram encaminhadas para a realização da difração de raios-X e para a análise da rugosidade superficial. Uma das amostras submetida ao rugosímetro, foi avaliada em microscopia óptica.

5.1.1 Difração de Raios-X

As amostras de zircônia multicamada sem alteração de superfície (a1/a2 virgem), apresentam sua fase cristalográfica composta por 50% em fase cúbica e 50% em fase tetragonal de acordo com a difração de raios-X.

Os padrões catalogados no *software*, indicam que as fases cúbica e tetragonal da zircônia, são coincidentes com o gráfico das amostras sem alteração de superfície analisadas. Na Figura 20, o difratograma de raios-X da amostra a2 virgem.

Figura 20 - Difratograma de raios-X das amostras a2 virgem do Grupo Z



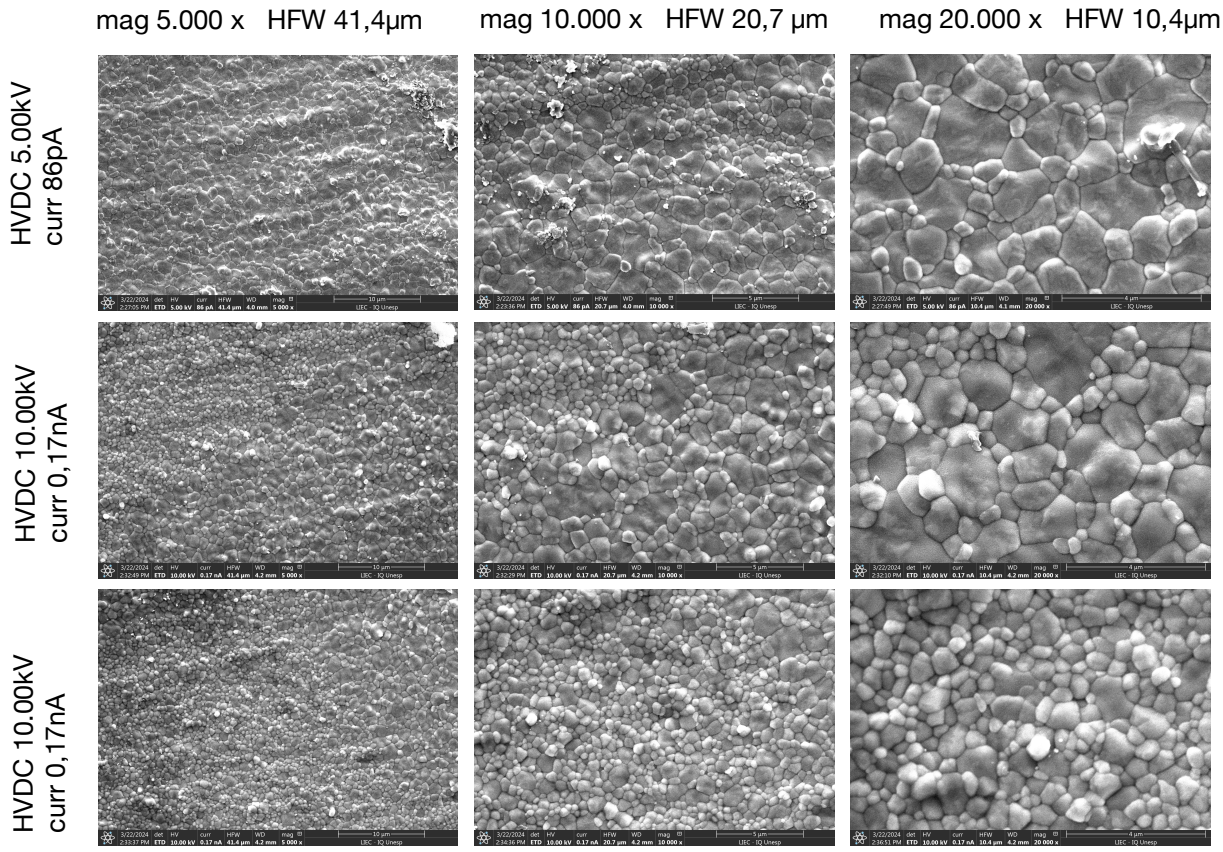
Banco de dados PDF - IPEN USP

Pode ser observada, na Figura 20, a semelhança dos picos de difração experimentais e teóricos segundo as fichas catalográficas da base de dados indicadas na imagem.

5.1.2 Análise em MEV

As análises em MEV de um corpo de prova de zircônia com uma composição cristalográfica composta por 50% de fase cúbica e 50% de fase tetragonal revela informações sobre a morfologia, a microestrutura, a composição da amostra e propriedades do material de acordo com sua composição (Figura 21).

Figura 21 - MEV - Grupo Z



Informações agrupadas por colunas. Utilizado nas análises o detector ETD

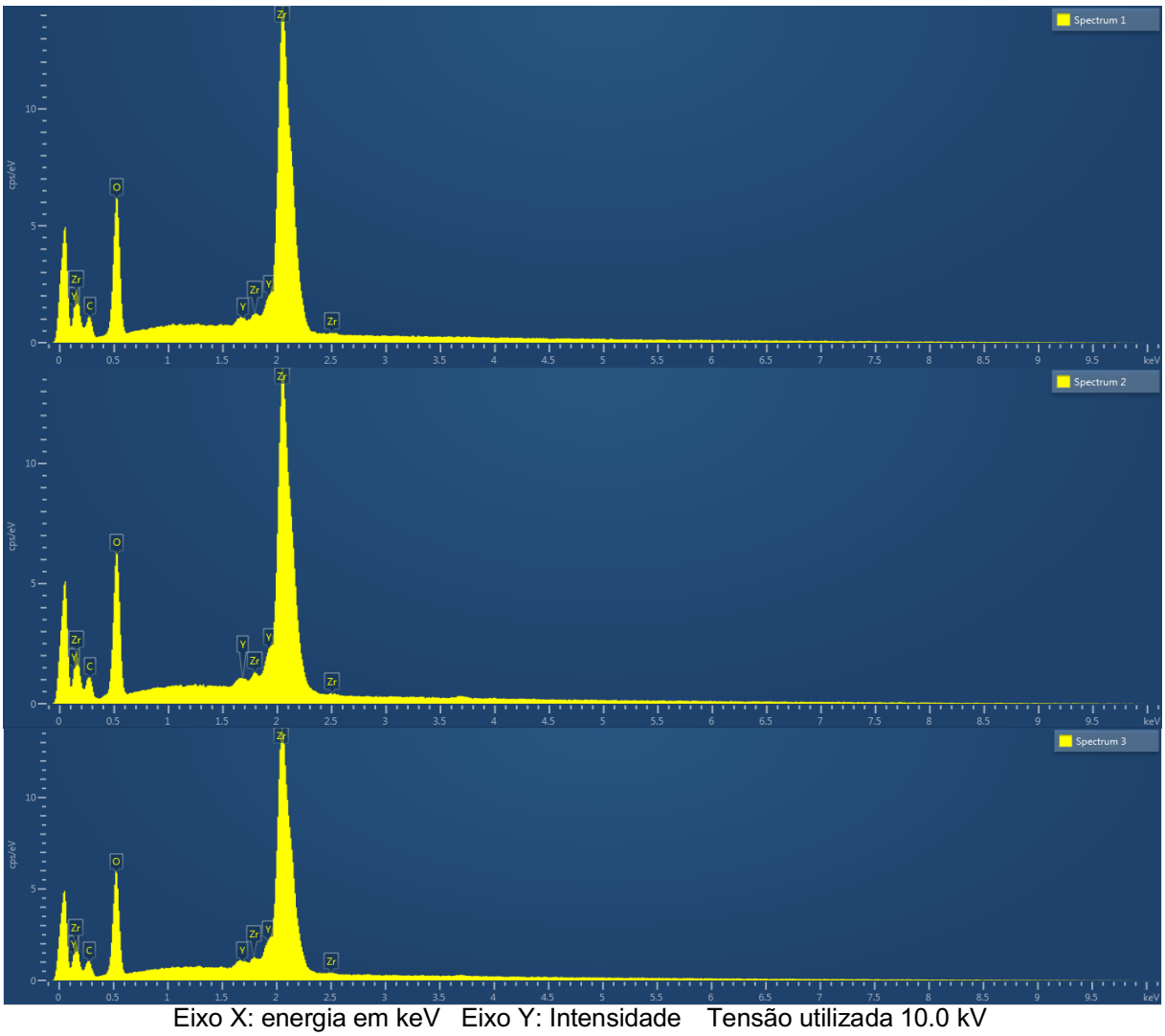
Ao realizar análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com detector ETD (utilizado para detectar elétrons secundários produzidos quando o feixe de elétrons incide na amostra) em um corpo de prova de zircônia com 50% da fase cristalográfica cúbica e 50% da fase cristalográfica tetragonal, é possível observar as seguintes características específicas nas imagens obtidas e reunidas na Figura 21:

- Topografia da Superfície: Rugosidade e porosidade com características distintas associadas às diferentes fases cristalográficas.
- Contraste de Fases: A diferença nas propriedades morfológicas das fases resulta em contrastes diferentes.
- Contornos de Grão: Observa-se os limites entre os grãos e tamanhos diferentes.

- Microestrutura: A microestrutura da amostra, incluindo a distribuição e a orientação dos grãos, pode ser observada. Observa-se uma distribuição bimodal de tamanhos dos grãos**.**

As análises em EDS, resultaram em três espectros com picos proeminentes de elementos químicos específicos como o Zircônio (Zr) e o Oxigênio (O) além da presença do dopante Ítrio (Y) e do Carbono (C). A Figura 22 apresenta os espectros obtidos (Espectro 1, Espectro 2, Espectro 3).

Figura 22 - EDS - Grupo Z



Eixo X: energia em keV Eixo Y: Intensidade Tensão utilizada 10.0 kV

Os dados fornecidos pelo arquivo do *software* do EDS identificam cada elemento no espectro com os valores da intensidade de cada pico de acordo com a energia em keV (Quiloelétron-volt), mas não foi fornecido a quantidade em porcentagem de cada elemento na amostra. Neste caso, com base nos valores

fornecidos e no gráfico ilustrado na Figura 22, foi calculado a variação relativa do ítrio sobre o zircônio em cada espectro. A intensidade na energia escolhida do momento do pico de ítrio em 1.68 keV (Espectro 1 - 854,0 / Espectro 2 - 849,0 / Espectro 3 - 876,0), foi dividido pela intensidade registrada do pico de zircônio em 2.04 keV (Espectro 1 - 11.002,0 / Espectro 2 - 10.684,0 / Espectro 3 - 10.646,0). A média dos três valores encontrados, indicam a intensidade de aproximadamente 8% de ítrio na amostra analisada do Grupo Z.

5.1.3 Rugosidade de Superfície

Os resultados em µm da avaliação da rugosidade de superfície, das amostras a1 e a2 do Grupo Z, realizadas em duas posições na direção horizontal e vertical estão na Tabela 2.

Tabela 2 — Rugosidade de superfície - amostras Z

AMOSTRA	VIRGEM	Ra	Ry	Rq
a1	Posição 1	0,49	2,67	0,62
	Posição 2	0,65	3.42	0,78
a2	Posição 1	0,62	3,52	0,76
	Posição 2	0,49	2,40	0,63
a1	Posição 1	0,40	2,11	0,49
	Posição 2	0,34	1,74	0,40
a2	Posição 1	0,33	2,01	0,42
	Posição 2	0,34	2,16	0,42
Parâmetros de rugosidade em µm em cada direção				

Parâmetros de avaliação em cada direção

O cálculo estatístico da média, desvio padrão e coeficiente de variação (CV) encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3 - Estatística - Grupo Z

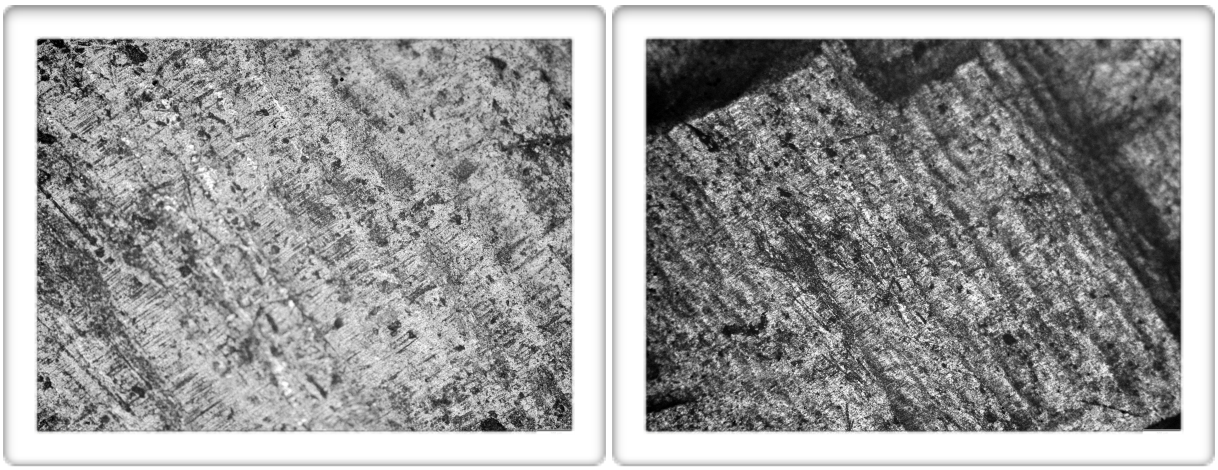
Grupo Z	MÉDIA	VARIÂNCIA	DESVIO PADRÃO	CV
Ra	0,46	0,016	0,1	28%
Ry	2,50	0,430	0,7	26%
Rq	0,57	0,024	0,2	27%

Excel para MAC

5.1.4 Microscopia Óptica

A observação de uma amostra de zircônia do Grupo Z no microscópio óptico com aumentos de 50x e 100x em comparação com a visualização a olho nu, permite uma análise mais detalhada das características macroscópicas. Irregularidades provocadas pela fresagem, observadas na Figura 23, coincidem com valores discrepantes nos parâmetros de rugosidade vistos na Tabela 2.

Figura 23 - Resultado da imagem ampliada em 100x e 50x - Grupo Z



Objetiva 10x Objetiva 5x

Na Figura 23, está ilustrado uma superfície majoritariamente regular. A maior parte da superfície exibe ranhuras rasas dispostas em linhas retas, no entanto, há regiões notáveis com grandes falhas que indicam que o processo de fresagem pode comprometer a integridade da superfície.

5.1.5 Molhabilidade

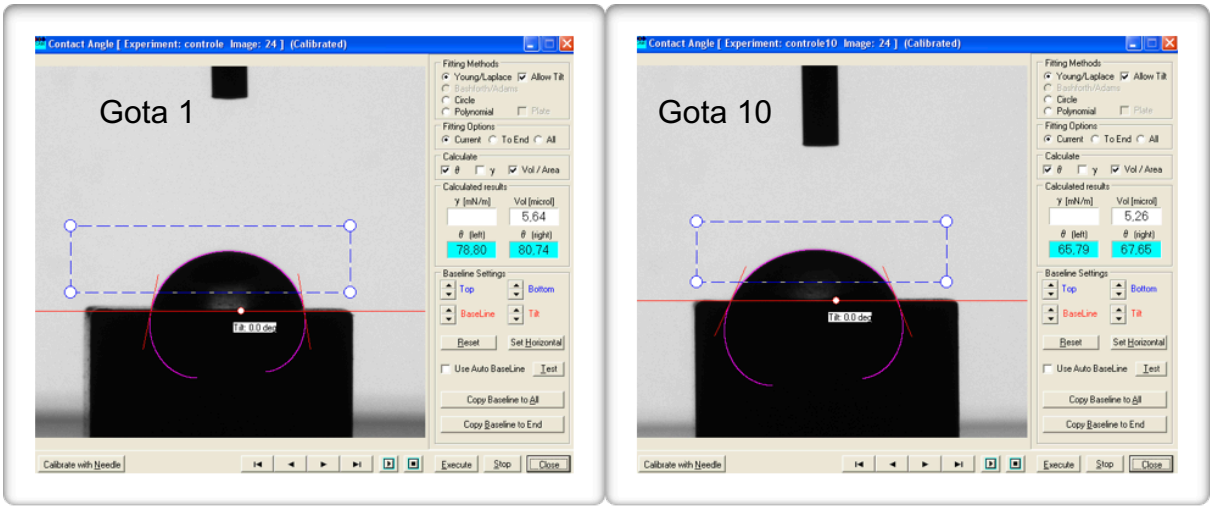
Uma amostra do Grupo Z, recebeu 10 gotas de água e primer da zircônia. Nas gotas de água, os ângulos foram determinados apenas nas últimas 15 imagens realizadas a partir de 10 segundos de repouso da gota na amostra, aproximadamente. Os resultados apresentados na Tabela 4, são referentes a média entre os ângulos da esquerda e da direita: o ângulo médio. Na Figura 24, ilustra os ângulos do último registro da primeira gota e os ângulos do último registro da décima gota.

Tabela 4 - Molhabilidade - Grupo Z

Grupo Z	Média dos ângulos médios dos 15 registros de imagem de cada gota	Média	Desvio Padrão
Gota 1	80,3156º	73,34789º	3,601755º
Gota 2	77,68433º		
Gota 3	75,61087º		
Gota 4	72,91386º		
Gota 5	71,77633º		
Gota 6	72,20173º		
Gota 7	70,82707º		
Gota 8	73,69147º		
Gota 9	71,12427º		
Gota 10	67,3044º		

Excel para Mac

Figura 24 - Ângulo de contato - Grupo Z



Fonte: Captura da tela do *software*, 2024

Nas gotas utilizando o primer de zircônia, não foi possível medir a formação de ângulo de contato. A molhabilidade é extremamente alta e as dez gotas rapidamente ocuparam toda a superfície.

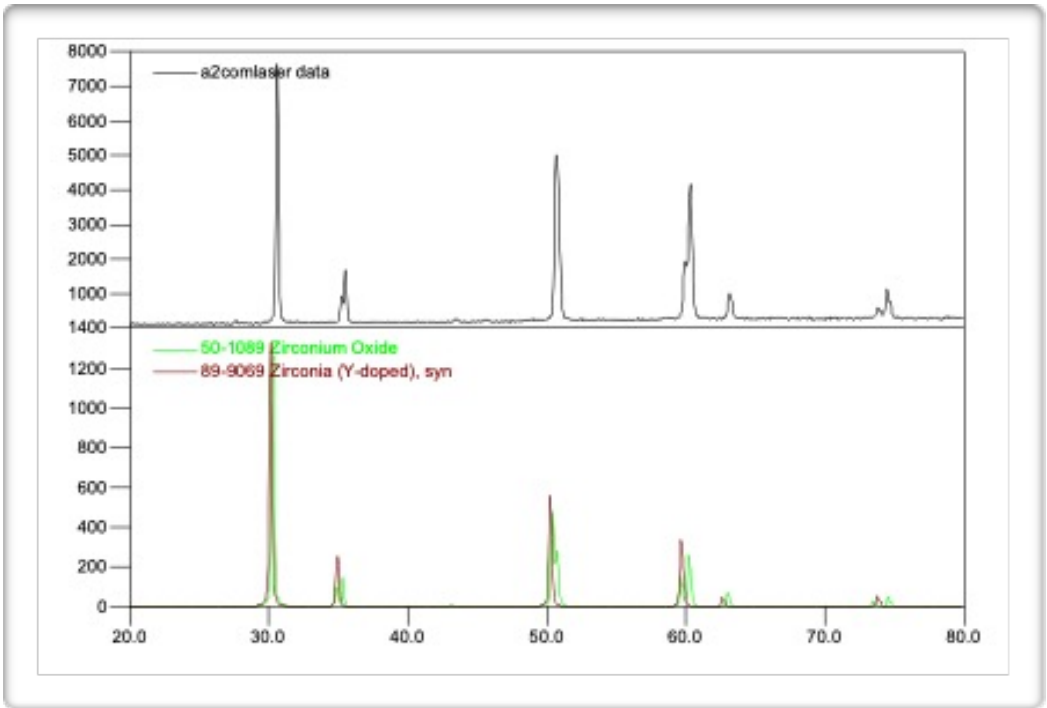
5.2 ESPÉCIMES DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA IRRADIADOS COM FEIXE DE *LASER* YB: YAG - GRUPO Z1

Antes de realizar as etapas para os procedimentos de adesão ao cimento resinoso, algumas amostras do Grupo Z1 foram encaminhadas para as análises laboratoriais. Em uma das amostras, foi realizada a MEV e a análise elementar em EDS. Outra amostra foi destinada para a análise de molhabilidade. Duas outras amostras foram encaminhadas para a realização da difração de raios-X e para a análise da rugosidade superficial. Uma das amostras submetida ao rugosímetro, foi avaliada em microscopia óptica. Após as análises laboratoriais, as dez amostras foram reunidas para iniciar as etapas para os procedimentos de adesão ao cimento resinoso.

5.2.1 Difração de Raios-X

As amostras de zircônia multicamada com a superfície alterada por feixe de *laser* Yb: YAG (a1/a2 com *laser*), definiram melhor o pico de difração e aumentaram o tamanho do grão com indicação de crescimento de grão na superfície. A superfície do material passou a apresentar 15% em fase cúbica e 84% em fase tetragonal. A Figura 25 apresenta o difratograma de raios-X da amostra a2 com *laser.*

Figura 25 - Difratograma de raios-X das amostras a2 com *laser* do Grupo Z1



Banco de dados PDF - IPEN USP

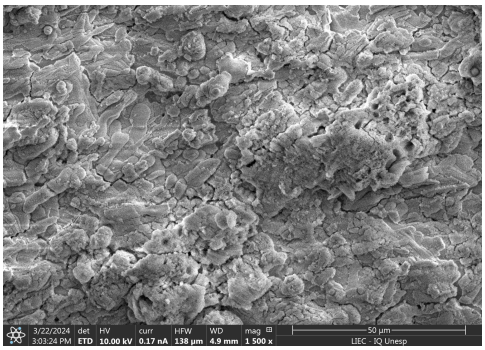
O feixe de *laser* Yb: YAG induziu modificação de fase na superfície da zircônia multicamada, reduzindo consideravelmente a presença da fase cúbica e aumentando significativamente a fase tetragonal.

5.2.2 Análise em MEV

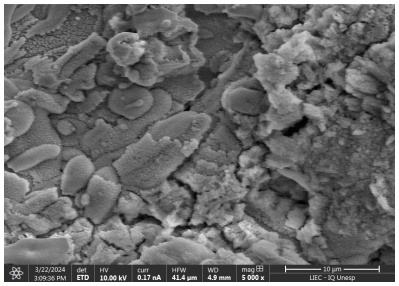
Ao examinar imagens obtidas em MEV do corpo de prova do Grupo Z1, onde a fase cúbica diminuiu drasticamente, é possível identificar uma série de características que demonstram as mudanças causadas pelo tratamento a *laser*. É observado alterações na morfologia da superfície, processo de fusão e solidificação, a formação de estruturas colunares, bem como possíveis falhas, tais como microfissuras, porosidades ou delaminações. Nas figuras abaixo, as imagens separadas por magnificação e parâmetros similares (Figura 26 e 27).

Figura 26 - MEV I - Grupo Z1

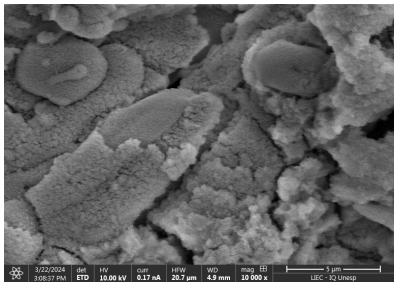
mag 1.500x HFW 138µm



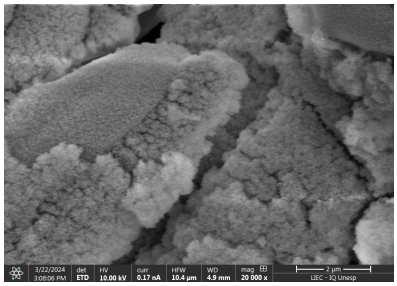
mag 5.000x HFW 41,4µm

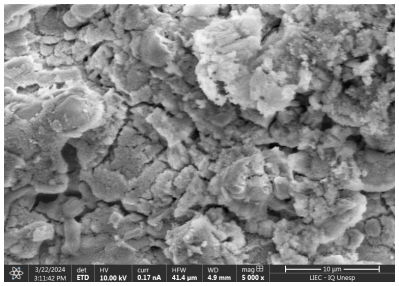


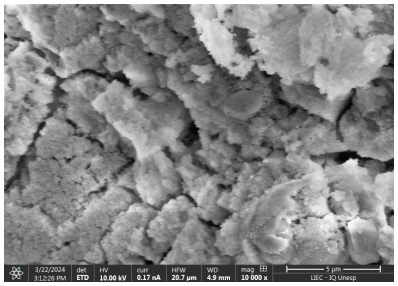
mag 10.000x HFW 20,7µm



mag 20.000x HFW 10,4µm



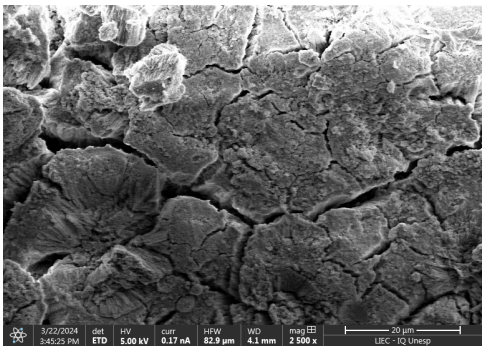




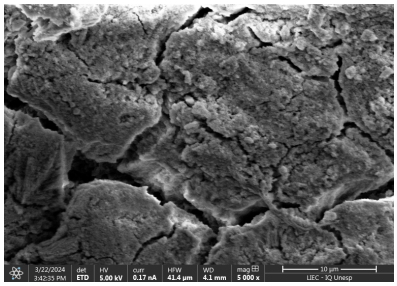
Detector ETD — HVDC 10.00kV — curr 0,17nA — WD 4,9mm

Figura 27 - MEV II - Grupo Z1

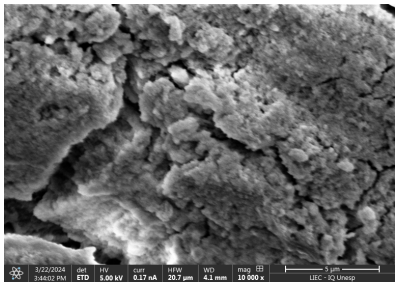
mag 2.500x HFW 82,9µm



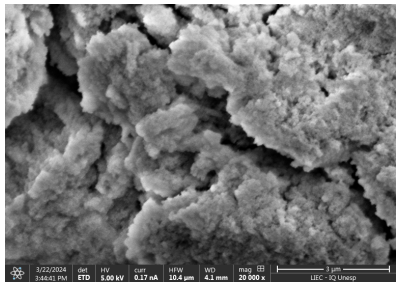
mag 5.000x HFW 41,4µm

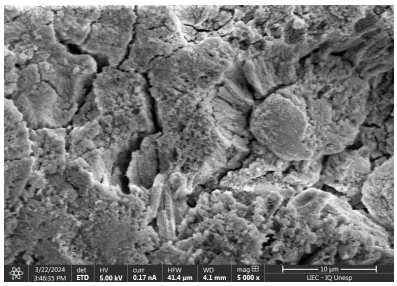


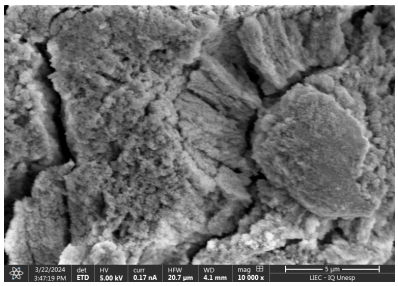
mag 10.000x HFW 20,7µm

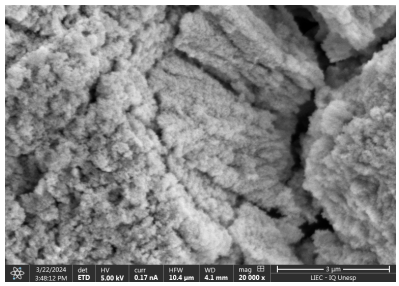


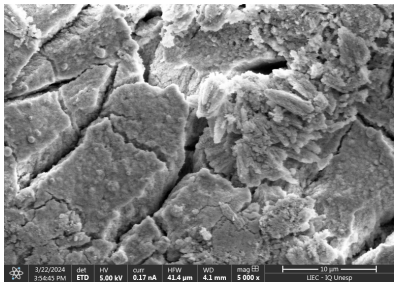
mag 20.000x HFW 10,4µm

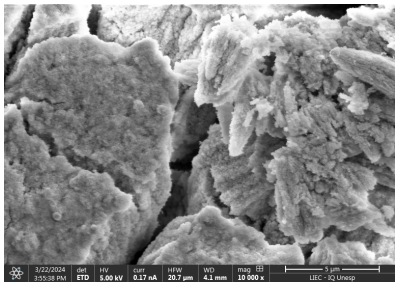


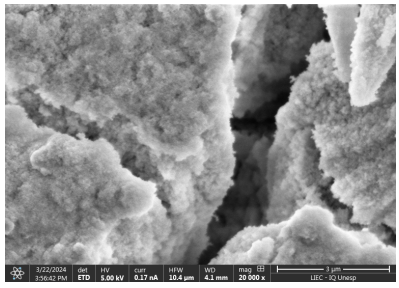


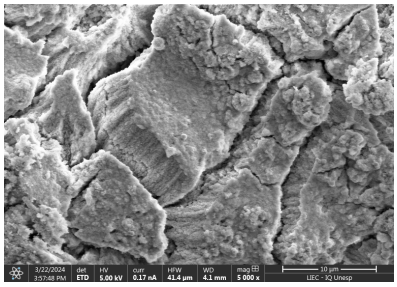


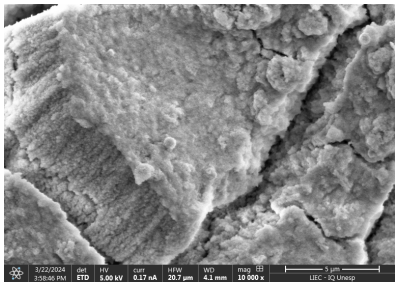


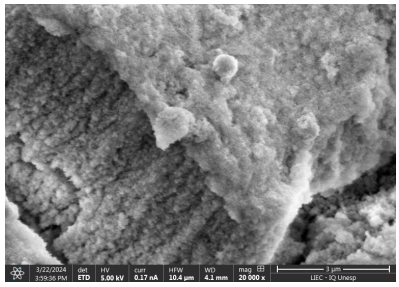










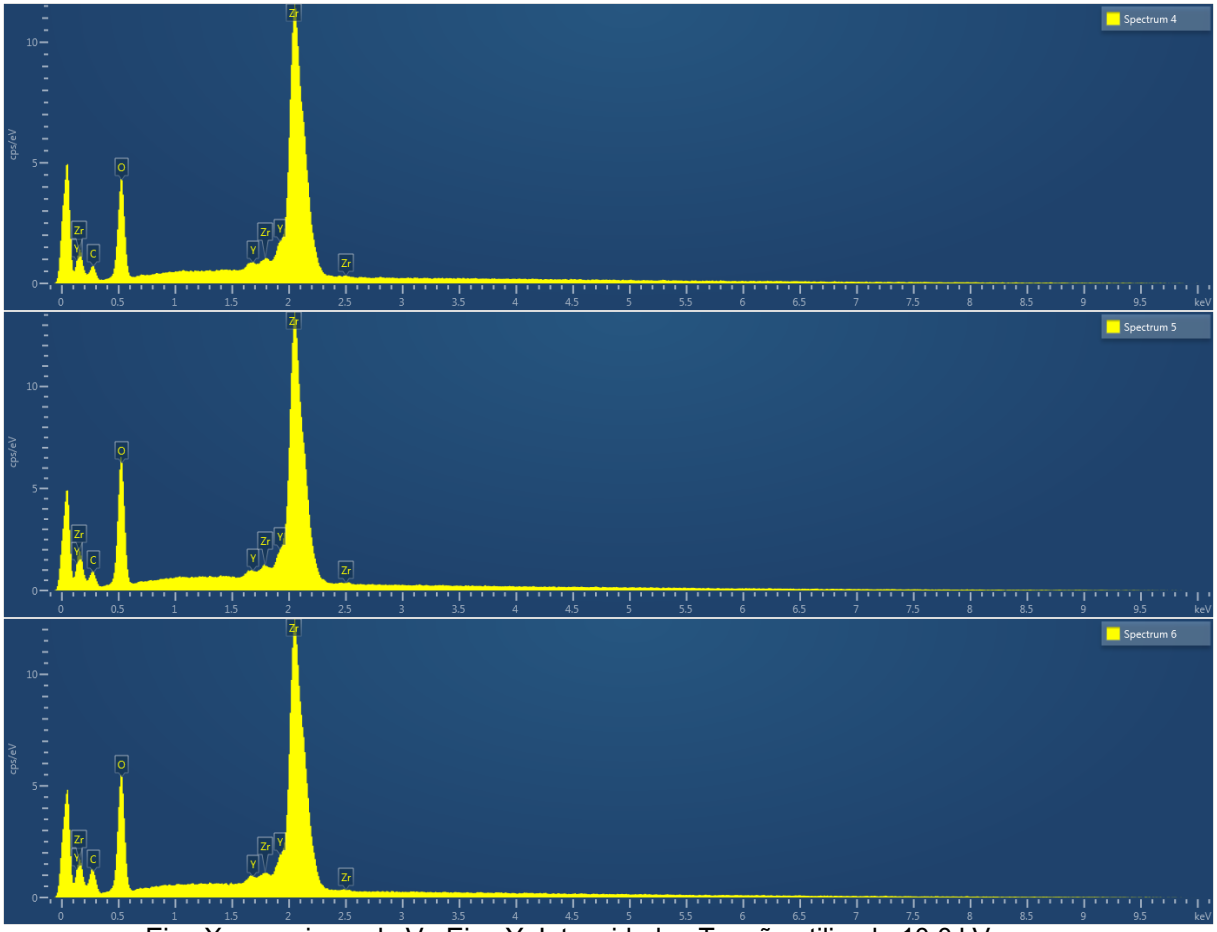


Detector ETD — HVDC 5.00kV — curr 0,17nA — WD 4,1mm

Estas imagens apresentadas nas Figuras 26 e 27, ilustram as informações descritas acima sobre a microestrutura, composição e propriedades da amostra após o tratamento com feixe de *laser* Yb: YAG.

As análises em EDS resultaram em três espectros que revelaram picos proeminentes de elementos químicos específicos como o Zircônio (Zr) e o Oxigênio (O) além da presença do dopante Ítrio (Y) e do Carbono (C). A Figura 28 apresenta os espectros obtidos (Espectro 4, Espectro 5, Espectro 6).

Figura 28 – EDS - Grupo Z1



Eixo X: energia em keV Eixo Y: Intensidade Tensão utilizada 10.0 kV

Os dados fornecidos pelo arquivo EDS mostram os valores da intensidade de cada pico de acordo com a energia característica dos elementos na amostra em keV Como no Grupo Z, foi calculado a variação relativa do ítrio sobre o zircônio em cada espectro. A intensidade na energia escolhida do momento do pico de ítrio em 1.68 keV (Espectro 4 - 715,0 / Espectro 5 - 777,0 / Espectro 6 - 805,0), foi dividido pela intensidade registrada do pico de zircônio em 2.04 keV (Espectro 4 - 8.877,0 / Espectro 5 - 10.468,0 / Espectro 6 - 9.603,0). A média dos três valores encontrados,

também sinalizou uma intensidade de aproximadamente 8% de ítrio na amostra do Grupo Z1.

5.2.3 Rugosidade de Superfície

Os resultados da avaliação da rugosidade de superfície em das amostras a1 e a2 do Grupo Z1, realizadas em duas posições em cada direção, perpendicular e paralela ao feixe de *laser* que varreu a amostra, estão na Tabela 5. O cálculo estatístico da média, desvio padrão e coeficiente de variação (CV) encontram-se na Tabela 6.

Tabela 5 — Rugosidade de superfície - amostras Z1

AMOSTRAS	Yb: YAG	Ra	Ry	Rq
a1	Perpendicular 1	2,69	13.56	3.34
	Perpendicular 2	2,55	13.00	3.15
a2	Perpendicular 1	2,40	13,70	3,16
	Perpendicular 2	2,01	11,03	2,59
a1	Paralelo 1	1.34	7.95	1.68
	Paralelo 2	1,61	8,65	1,96
a2	Paralelo 1	1,57	8,62	1,94
	Paralelo 2	1,39	7,43	1,72

Parâmetro de rugosidade em µm em cada direção

Tabela 6 - Estatística - Grupo Z1

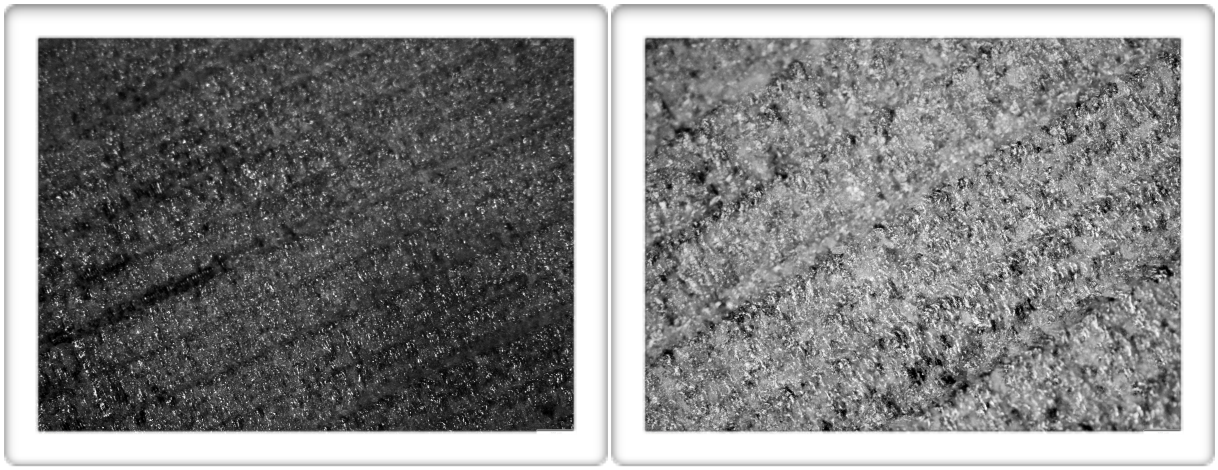
Grupo Z1	MÉDIA	VARIÂNCIA	DESVIO PADRÃO	CV
Ra	1,95	0,294	0,5	28%
Ry	10,49	7,003	2,6	25%
Rq	2,44	0,490	0,7	29%

Excel para Mac

5.2.4 Microscopia Óptica

A observação de uma amostra de zircônia do Grupo Z1 no microscópio óptico com aumentos de 5x e 10x permitiu visualizar os padrões característicos de processamento do feixe de *laser* Yb: YAG. Esses padrões indicam a direção de varredura do *laser* e mostra como o tratamento afetou a superfície da amostra (Figura 29).

Figura 29 - Resultado da imagem ampliada em 50x e 100x - Grupo Z1



Objetiva 5x Objetiva 10x

Nota-se na Figura 29, a correlação com os dados obtidos pelo rugosímetro em razão da profundidade e largura das marcações de acordo com o padrão de gravação. Está ilustrado uma superfície rugosa com padrões regulares de linhas paralelas, uniformes e contínuas.

5.2.5 Molhabilidade

Uma amostra do Grupo Z1 recebeu dez gotas de água com a amostra posicionada perpendicular ao padrão de gravação do feixe de *laser* (Grupo Z1 vertical) e 10 gotas de água com a amostra posicionada no mesmo sentido, paralelo, ao padrão de gravação do feixe de *laser* (Grupo Z1 horizontal). Dez gotas do primer para zircônia foram aplicadas com a amostra na posição diagonal.

Em cada gota de água, os ângulos foram determinados apenas nas últimas 15 imagens realizadas a partir de 10 segundos de repouso da gota na amostra,

aproximadamente. Os resultados apresentados na Tabela 7, são referentes a média por gota, entre os ângulos da esquerda e da direita: o ângulo médio, em cada sentido de posicionamento da amostra, na horizontal e na vertical, respectivamente.

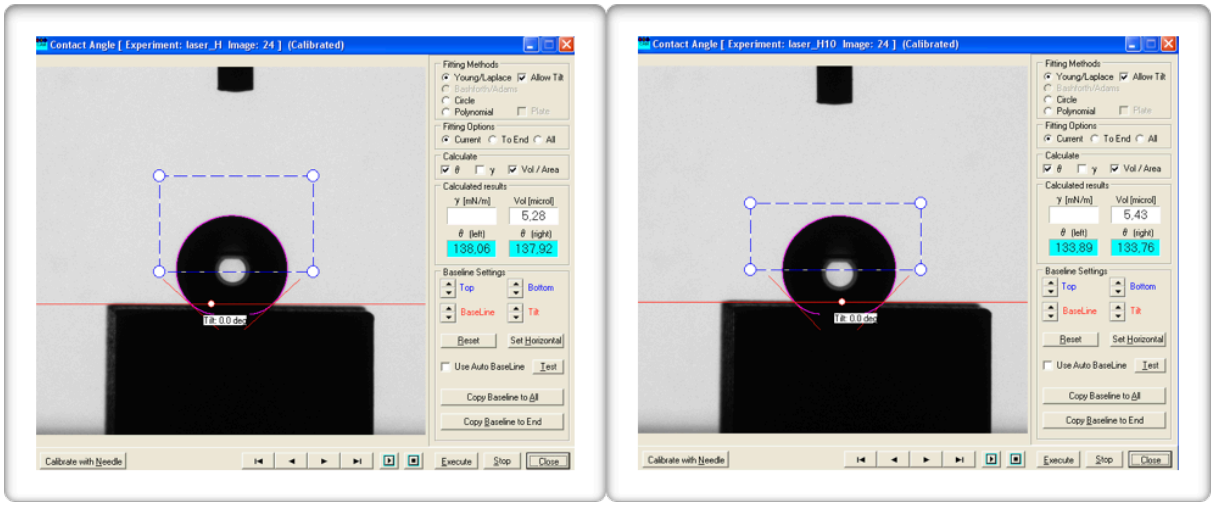
Tabela 7- Molhabilidade - Grupo Z1 - horizontal e vertical

Grupo Z1 HORIZONTAL	Média dos ângulos médios dos 15 registros de imagem de cada gota	Média	Desvio Padrão
Gota 1	138,30º	137,01º	2,7472º
Gota 2	139,65º		
Gota 3	136,32º		
Gota 4	140,51º		
Gota 5	140,56º		
Gota 6	137,79º		
Gota 7	133,3º		
Gota 8	136,59º		
Gota 9	133,05º		
Gota 10	134,02º		
Grupo Z1 VERTICAL	**Média dos ângulos médios dos 15 registros de imagem de cada gota**	**Média**	**Desvio Padrão**
Gota 1	117,31º	118,46º	6,5833º
Gota 2	114,07º		
Gota 3	125,19º		
Gota 4	122,49º		
Gota 5	122,08º		
Gota 6	112,59º		
Gota 7	103,35º		
Gota 8	119,64º		
Gota 9	126,05º		
Gota 10	121,86º		
		127,735º	

Excel para Mac

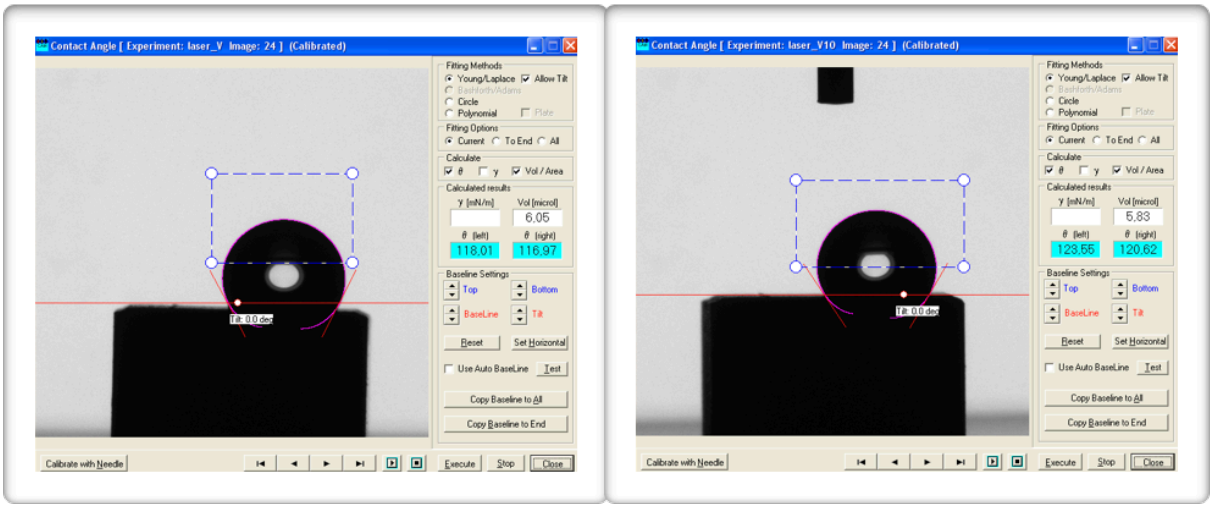
Na Figura 30 e 31, os ângulos do último registro da primeira gota e os ângulos do último registro da décima gota, da amostra na horizontal e na vertical, respectivamente.

Figura 30 - Ângulo de contato - Grupo Z1 horizontal



Fonte: Captura da tela do *software*, 2024

Figura 31 - Ângulo de contato – Grupo Z1 vertical



Fonte: Captura da tela do *software*, 2024

Nota-se pelas Figuras 30 e 31, um comportamento hidrofóbico da superfície, onde nos últimos registros de repouso da gota 1 e 10, ainda se observa um formato íntegro da gota de água sem molhar a superfície.

As informações dos ângulos formados com a utilização do primer, não foram registradas. Não foi possível medir a formação de ângulo de contato com a utilização do primer de zircônia, da mesma maneira que ocorreu com o grupo Z. A molhabilidade é extremamente alta e as dez gotas rapidamente ocupam toda a superfície

5.2.6 Adesão

5.2.6.1 Resistência Adesiva

Os valores de resistência adesiva para cada amostra, com os resultados da força de cisalhamento, tensão, média, desvio padrão e a classificação das fraturas do Grupo Z1, estão detalhados na Tabela 8. Em cinco amostras, foi possível cimentar os dois cilindros de cimento resinoso, em três amostras, somente um cilindro e em duas amostras não foi possível manter a adesão ao remover o tubo de silicone. Estas duas amostras foram excluídas do tratamento estatístico e as fraturas classificadas como adesiva.

Tabela 8 - Resistência adesiva - Grupo Z1

GRUPO Z1	1 (N)	2 (N)	MÉDIA (N)	FORÇA DE CISALHAMENTO	Área (mm^2)	Tensão (MPa)	Desvio Padrão	Média (Mpa)	TIPO DA FRATURA	
I	2,111	5,681	3,896	3,896	0,407	9,572	6,505	14,958	ADESIVA	MISTA*
II				4,436		10,899			COESIVA	
III	6,631	3,705	5,168	5,168		12,698			MISTA	COESIVA
IV	2,131	2,452	2,292	2,292		5,630			MISTA *	MISTA
V				8,972		22,044			MISTA	
VI	7,821	5,099	6,46	6,460		15,872			MISTA *	COESIVA
VII	9,994	10,225	10,110	10,110		24,839			MISTA *	MISTA*
VIII				7,370		18,108			MISTA	
IX				0,000		0,000			ADESIVA	
X				0,000		0,000			ADESIVA	

* REMOÇÃO DE PARTE DA SUPERFÍCIE

Excel para Mac

Reunindo os gráficos de cada amostra fraturada, produzidos pelo próprio *software* da máquina de ensaios mecânicos, foi possível avaliar os diferentes deslocamentos até a fratura, ilustrando os comportamentos diversos de cada amostra sob tensão. Observou-se que algumas amostras apresentaram deslocamentos maiores, já sob tensão, enquanto outras fraturaram com deslocamentos menores (Figura 32).

Figura 32 - Força de Cisalhamento - Grupo Z1

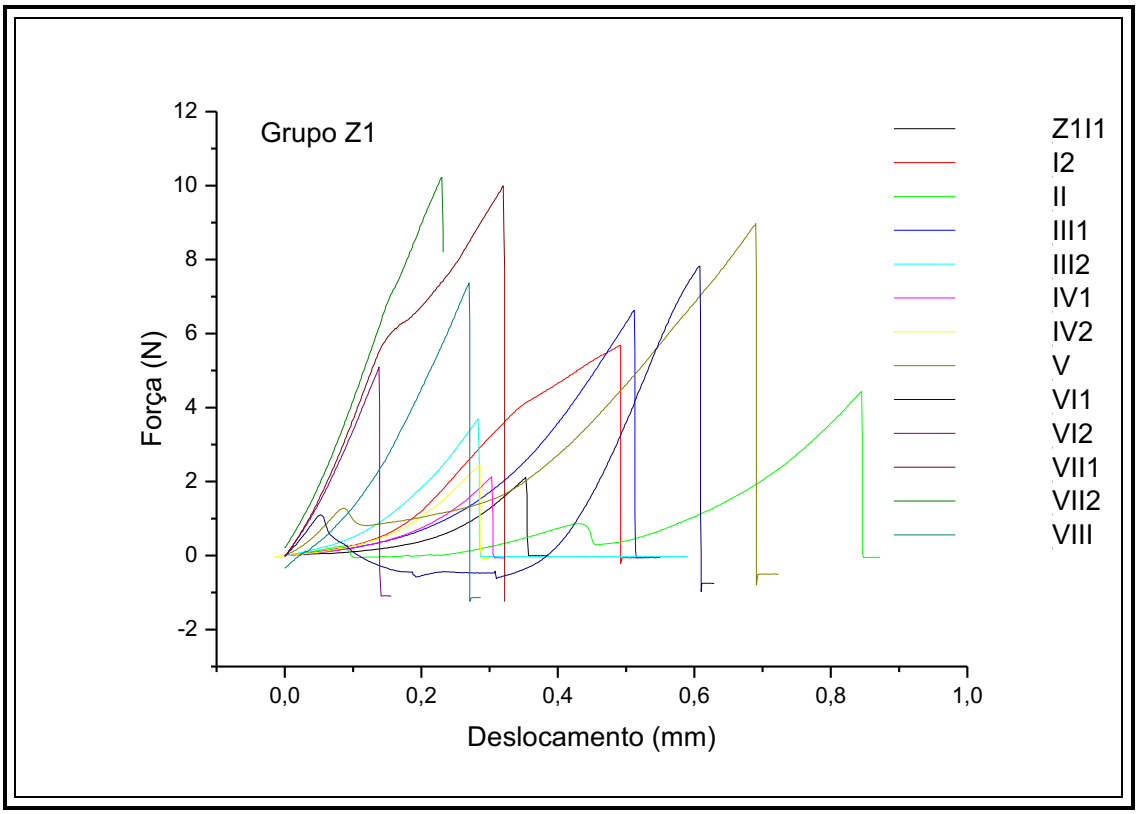


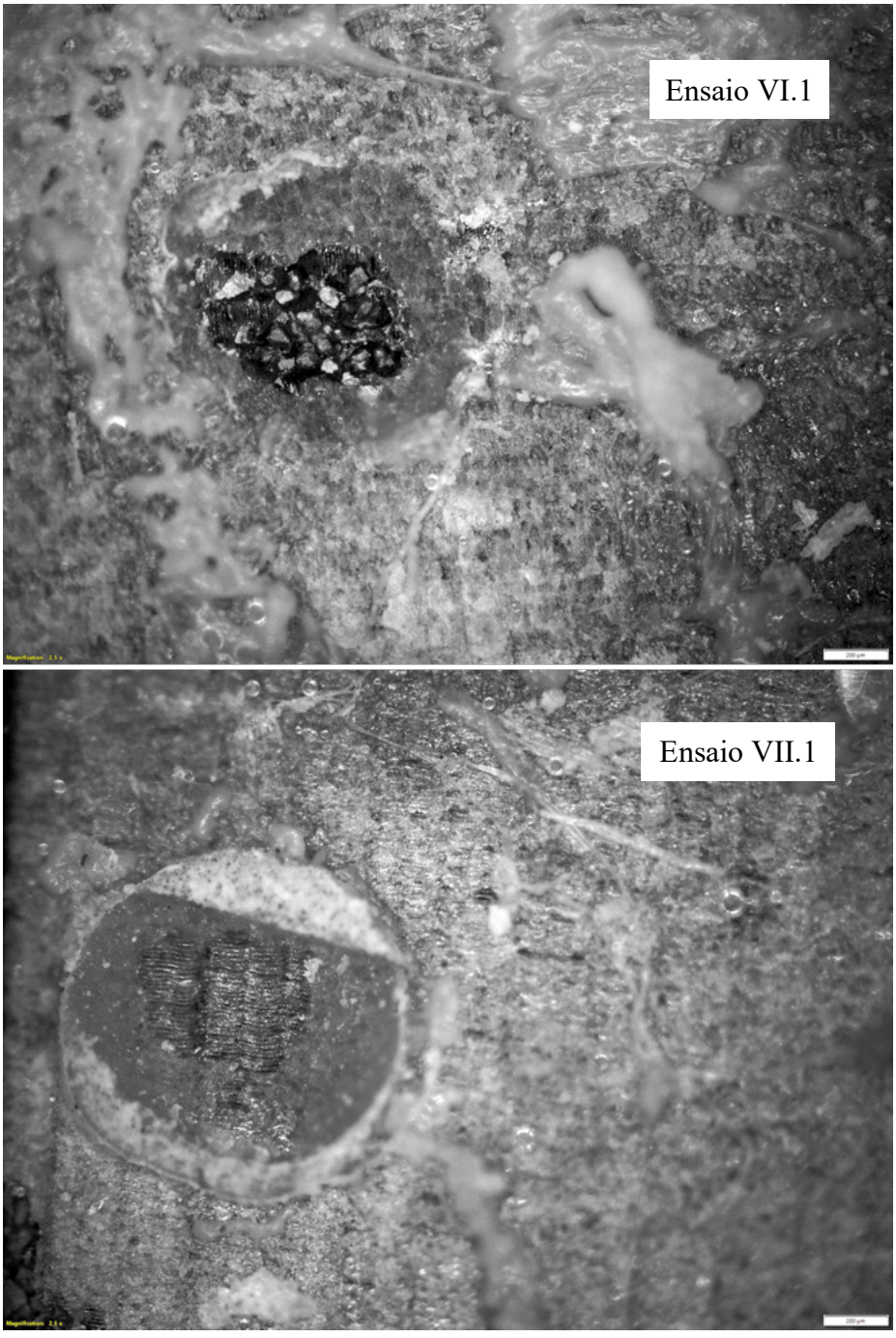
Gráfico do momento da fratura de cada corpo de prova

Um deslocamento menor não foi relacionado com uma fragilidade da adesão, pois, como ilustra o gráfico, valores altos da força máxima são vistos ao longo dos deslocamentos. Também não houve uma associação com a classificação das fraturas. destes corpos de prova. Um deslocamento prolongado antes da fratura pode indicar uma maior capacidade de deformação do material.

5.2.6.2 Classificação das Fraturas

As superfícies fraturadas foram analisadas em microscopia óptica, com a classificação das fraturas sendo predominantemente mista. Dos treze ensaios realizados com as oito amostras do Grupo Z1, nove tiveram a fratura classificada como mista, três, apresentaram fratura coesiva e somente um ensaio, a fratura adesiva. Na imagem da Figura 33, dois exemplos de fraturas mistas, referentes ao ensaio VI.1 e VII.1.

Figura 33 - Fratura - Grupo Z1



Fonte: Elaborado pela autora em MO Olympus BX51M, 2024

Em cinco dos nove ensaios que apresentaram a fratura mista, foi observado o arrancamento da superfície da zircônia. A correlação com a maior força de cisalhamento pôde ser observada, quanto maior foi a área arrancada de zircônia.

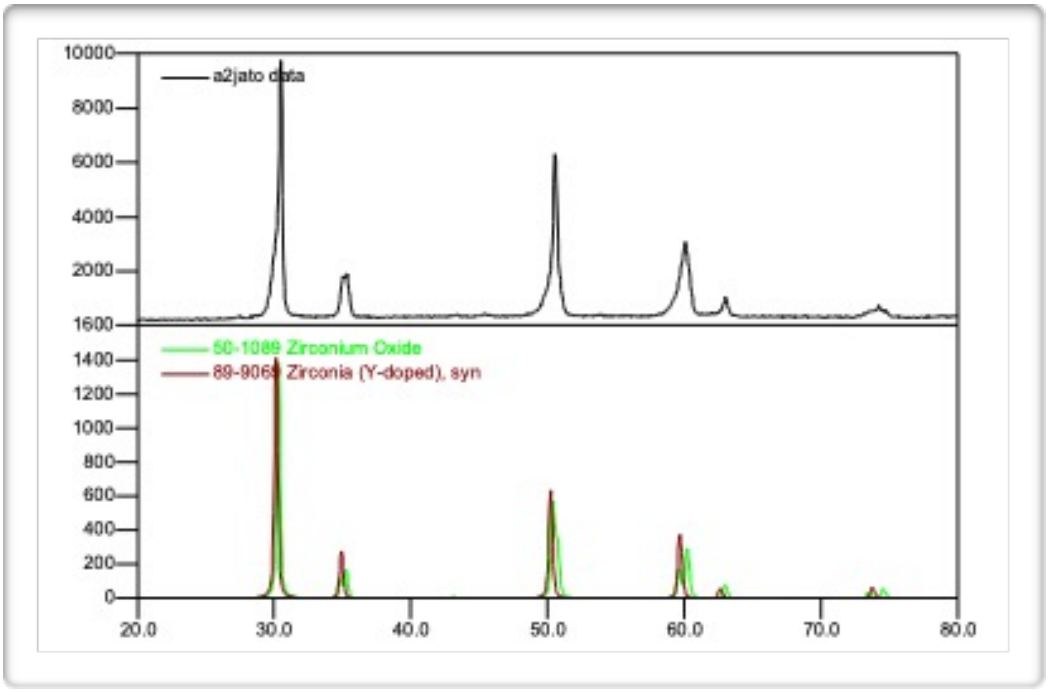
5.3 ESPÉCIMES DE ZIRCÔNIA MULTICAMADA JATEADAS COM ÓXIDO DE ALUMÍNIO - GRUPO Z2

Antes de realizar as etapas para os procedimentos de adesão ao cimento resinoso, quatro amostras do Grupo Z2 foram encaminhadas para as análises laboratoriais. Em uma das amostras, foi realizada a MEV e a análise elementar em EDS. Outra amostra foi destinada para a análise de molhabilidade. Duas outras amostras foram encaminhadas para a realização da difração de raios-X e para a análise da rugosidade superficial. Uma das amostras submetida ao rugosímetro, foi avaliada em microscopia óptica. Após as análises laboratoriais, as dez amostras foram reunidas para iniciar as etapas para os procedimentos de adesão ao cimento resinoso.

5.3.1 Difração de Raios-X

Amostras jateadas com óxido de alumínio (a1/a2 jato) tiveram os padrões de difração de fase cúbica deslocados. A superfície do material registrou 54% em fase cúbica e 45% em fase tetragonal. A fase cúbica apresentou o mesmo deslocamento e aumento em porcentagem e parâmetro de rede nas duas amostras analisadas com padrões similares de gráfico. O difratograma de DRX para a amostra a2 jato é apresentado na Figura 34.

Figura 34 - Difratograma de raios-X das amostras a2 jato do Grupo Z2



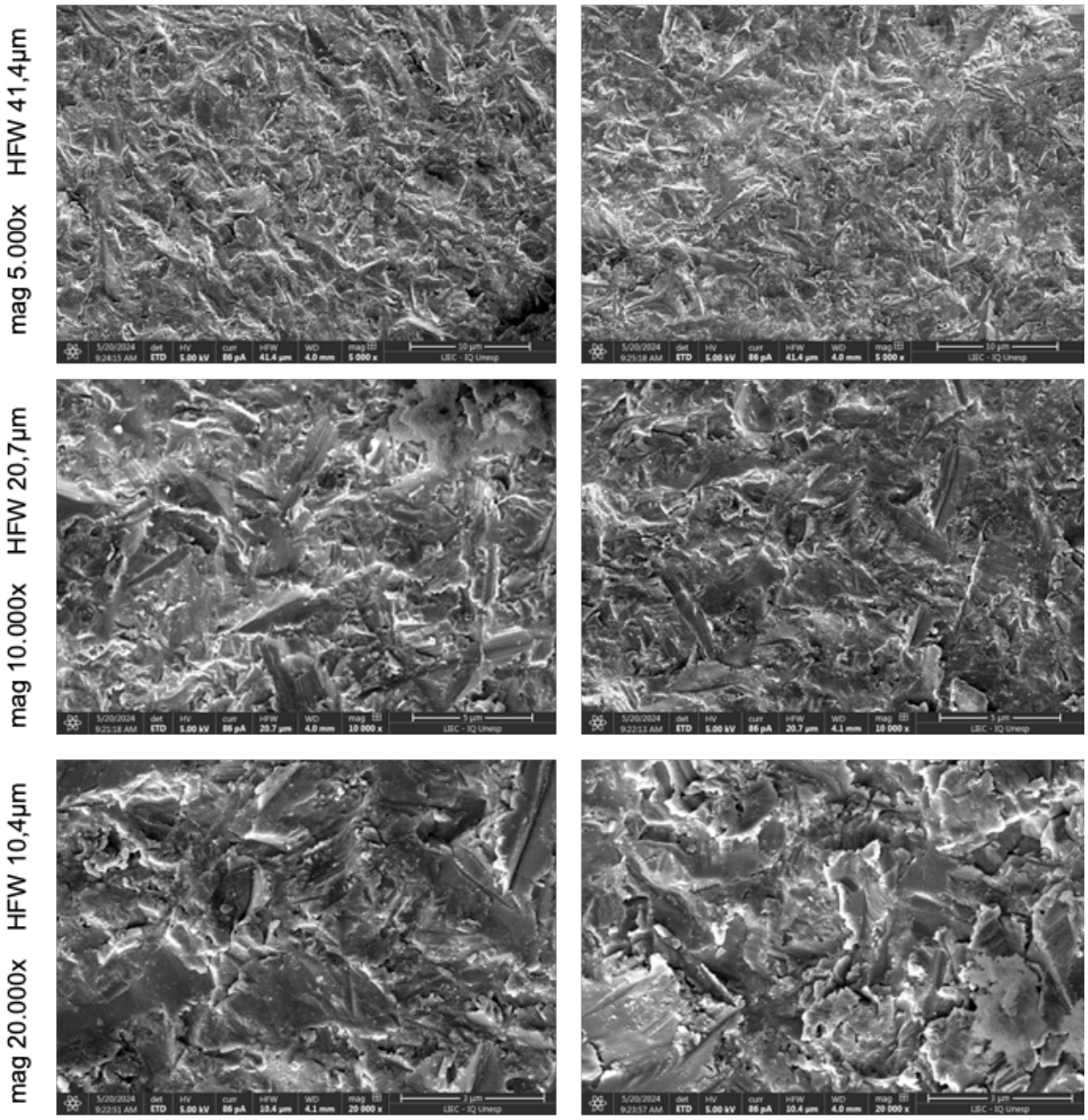
Banco de dados PDF - IPEN USP

Observa-se na Figura 34, a diminuição da fase tetragonal, comparando-se os picos experimentais e teóricos, provenientes da ficha catalográfica definida na imagem.

5.3.2 Análise em MEV

As análises em MEV ilustram as modificações que ocorreram na superfície da amostra de zircônia do Grupo Z2. Observa-se uma reorganização da morfologia, onde não se vê mais os limites claros, a distribuição e orientação dos grãos como nas imagens do Grupo Z (Figura 35).

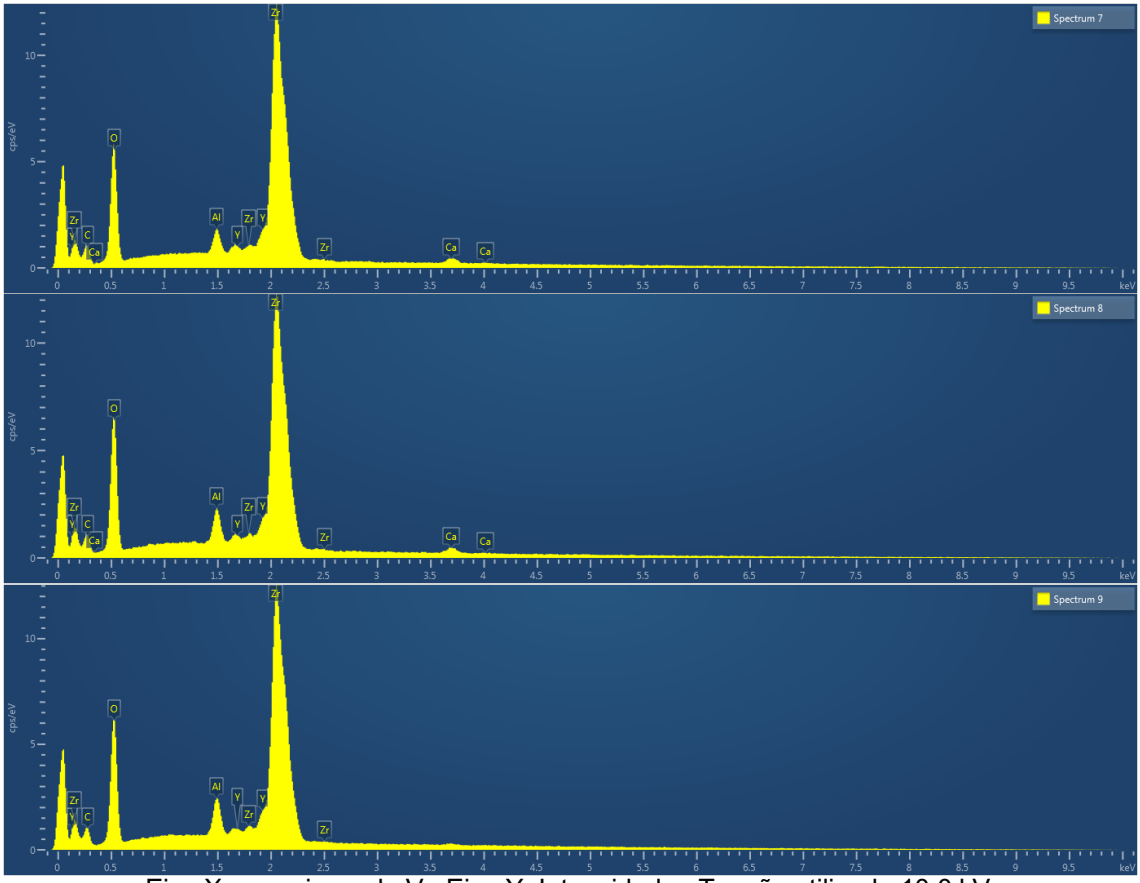
Figura 35 - MEV - Grupo Z2



Detector ETD — HV 5.00kV — curr 86 pA

As análises elementares em EDS revelaram picos proeminentes dos elementos químicos: Oxigênio, Alumínio, Cálcio, Zircônio, Ítrio e Carbono. A Figura 36 apresenta os três espectros obtidos (Espectro 7, Espectro 8 e Espectro 9).

Figura 36 - EDS - Grupo Z2



Eixo X: energia em keV Eixo Y: Intensidade Tensão utilizada 10.0 kV

Os dados fornecidos pelo arquivo EDS mostram os valores da intensidade de cada pico de acordo com a energia característica dos elementos na amostra em keV e da mesma maneira como no Grupo Z e Z1, foi calculado a variação relativa do ítrio sobre o zircônio em cada espectro. A intensidade na energia escolhida do momento do pico de ítrio em 1.68 keV (Espectro 7 - 839,0 / Espectro 8 - 851,0 / Espectro 9 - 798,0), foi dividido pela intensidade registrada do pico de zircônio em 2.04 keV (Espectro 7 - 9.388,0 / Espectro 8 - 9.393,0 / Espectro 9 - 9567,0). A média dos três valores encontrados, sinalizou a presença da intensidade de 9% de ítrio na amostra do Grupo Z2. Um resultado 1% maior que o apresentado nas demais amostras.

5.3.3 Rugosidade de Superfície

Os resultados da avaliação da rugosidade de superfície das amostras a1 e a2 do Grupo Z2, realizadas em duas posições na direção horizontal e vertical, estão na Tabela 9.

Tabela 9- Rugosidade de superfície - amostras Z2

AMOSTRA	JATO Al_2O_3 50 µm	Ra	Ry	Rq
a1	Posição 1	0,14	1,26	0,22
	Posição 2	0,27	1,63	0,34
a2	Posição 1	0,32	1,86	0,40
	Posição 2	0,34	1,77	0,41
a1	Posição 1	0,35	2,12	0,43
	Posição 2	0,42	2,36	0,51
a2	Posição 1	0,29	1,82	0,37
	Posição 2	0,30	2,04	0,38

Parâmetro de rugosidade em µm em cada direção

O cálculo estatístico da média, desvio padrão e coeficiente de variação (CV) encontram-se na Tabela 10.

Tabela 10 - Estatística - Grupo Z2

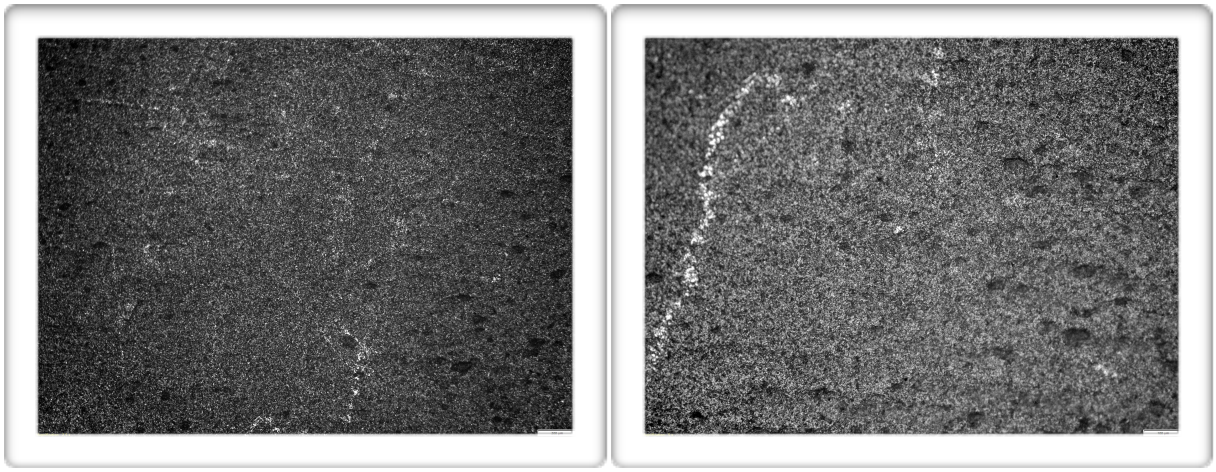
Grupo Z2	MÉDIA	VARIÂNCIA	DESVIO PADRÃO	CV
Ra	0,30	0,006	0,1	27%
Ry	1,86	0,110	0,3	18%
Rq	0,38	0,007	0,1	22%

Excel para MAC

5.3.4 Microscopia Óptica

A observação de uma amostra de zircônia do Grupo Z2 no microscópio óptico com aumentos de 5x e 10x permitiu visualizar uma superfície texturizada bastante heterogênea quando comparada às superfícies das amostras dos demais grupos de zircônia (Figura 37).

Figura 37 - Resultado da imagem ampliada em 50x e 100x - Grupo Z2



Objetiva 5x Objetiva 10x

Nota-se na Figura 37 uma superfície irregular com o mesmo aspecto em toda a sua imagem, correspondendo aos resultados apresentados nas análises de rugosidade. Não se apresentam falhas ou aspectos de trincas por toda a superfície.

5.3.5 Molhabilidade

Uma amostra do Grupo Z2, assim como nos Grupos Z e Z1, foi encaminhada para as análises de molhabilidade e recebeu a aplicação de dez gotas de água e dez gotas de primer para zircônia, por meio de uma microseringa. Nas gotas de água, os ângulos foram determinados apenas nas últimas 15 imagens realizadas a partir de 10 segundos de repouso da gota na amostra, aproximadamente.

Na Tabela 11 estão reunidos os resultados das análises feitas para a gota de água, com as informações sobre a média entre os ângulos da esquerda e da direita. Encontram-se registrados o ângulo médio, a média dos ângulos médios e o desvio padrão.

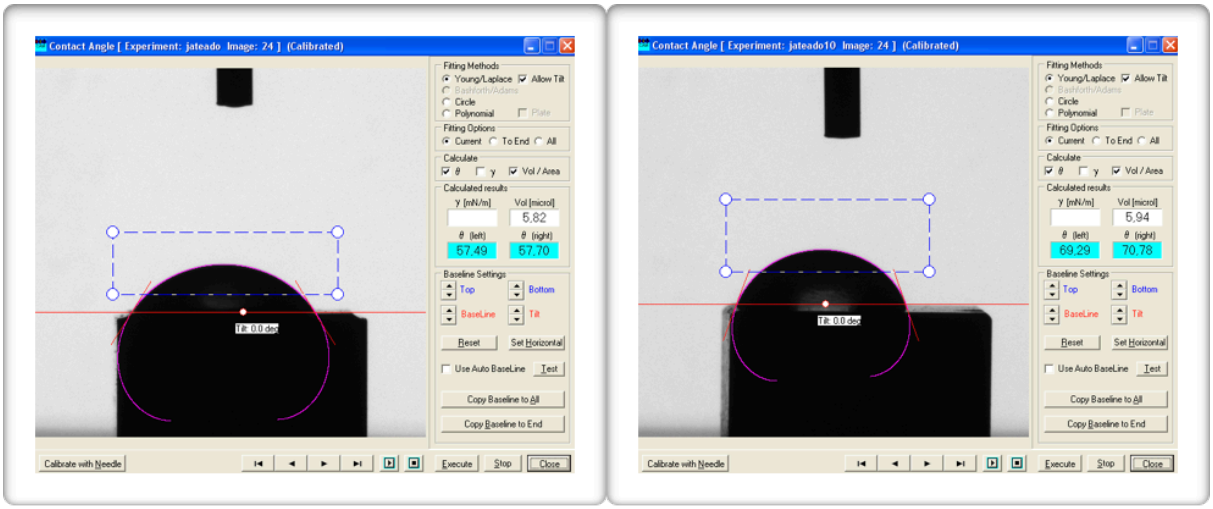
Tabela 11 - Molhabilidade - Grupo Z2

Grupo Z2	Média dos ângulos médios dos 15 registros de imagem de cada gota	Média	Desvio Padrão
Gota 1	57,864º	67,238º	3,7113º
Gota 2	63,954º		
Gota 3	68,96º		
Gota 4	65,967º		
Gota 5	69,091º		
Gota 6	69,804º		
Gota 7	68,338º		
Gota 8	69,501º		
Gota 9	68,276º		
Gota 10	70,627º		

Excel para Mac

Na Figura 38, ilustra os ângulos do último registro da primeira gota e os ângulos do último registro da décima gota.

Figura 38 - Ângulo de contato - Grupo Z2



Fonte: Captura da tela do *software*, 2024

A média dos ângulos médios dos registros nas 10 gotas demonstra maior molhabilidade na amostra jateada com óxido de alumínio quando comparada a média dos ângulos nos demais grupos de zircônia.

Não foi possível medir a formação de ângulo de contato com a utilização do primer de zircônia. A molhabilidade é extremamente alta e as dez gotas rapidamente ocuparam toda a superfície sem registrar alguma diferença com relação aos demais grupos analisados.

5.3.6 Adesão

5.3.6.1 Resistência Adesiva

Os valores de resistência adesiva para cada amostra, com os valores da tensão ao cisalhamento, desvio padrão e classificação das fraturas do Grupo Z2, estão detalhados na Tabela 12. Em quatro amostras, foi possível cimentar os dois cilindros de cimento resinoso e em seis amostras, somente um cilindro. A média das forças de cisalhamento das amostras com dois ensaios foi considerada como o resultado para o cálculo da tensão. Todas as amostras participaram dos ensaios mecânicos.

Tabela 12- Resistência adesiva - Grupo Z2

GRUPO Z2	1 (N)	2 (N)	MÉDIA (N)	FORÇA DE CISALHAMENTO	Área (mm^2)	Tensão (MPa)	Desvio Padrão	Média (Mpa)	TIPO DA FRATURA	
I				3,837	0,41	9,428	6,815	16,169	MISTA	
II	3,469	4,264	3,867	3,867		9,500			MISTA	COESIVA
III				9,113		22,391			MISTA	
IV				2,699		6,631			MISTA	
V				9,702		23,838			MISTA	
VI	11,795	5,887	8,841	8,841		21,722			MISTA	MISTA
VII	4,409	3,529	3,969	3,969		9,752			COESIVA	MISTA
VIII	6,871	7,566	7,219	7,219		17,736			MISTA	MISTA
IX				9,862		24,231			MISTA	
X				6,699		16,459			COESIVA	

MISTA COM MESMOS ASPECTOS

Excel para Mac

Reunindo os gráficos de cada amostra fraturada, produzidos pelo próprio *software* da máquina de ensaios mecânicos, foi possível avaliar os diferentes deslocamentos até a fratura, ilustrando os comportamentos diversos de cada amostra sob tensão. Da mesma maneira que no Grupo Z1, observou-se que algumas amostras apresentaram deslocamentos maiores, já sob tensão, enquanto outras fraturaram com deslocamentos menores (Figura 39).

Figura 39 - Força de Cisalhamento - Grupo Z2

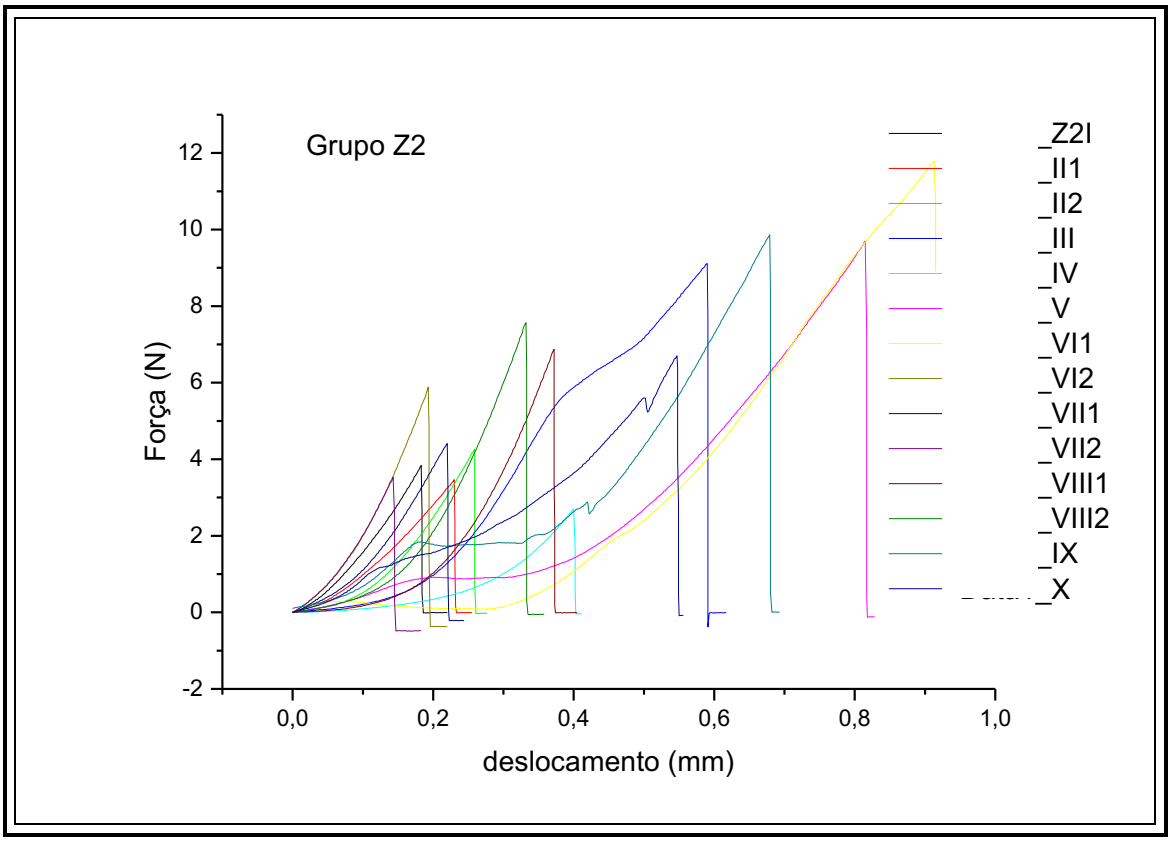


Gráfico do momento da fratura de cada corpo de prova

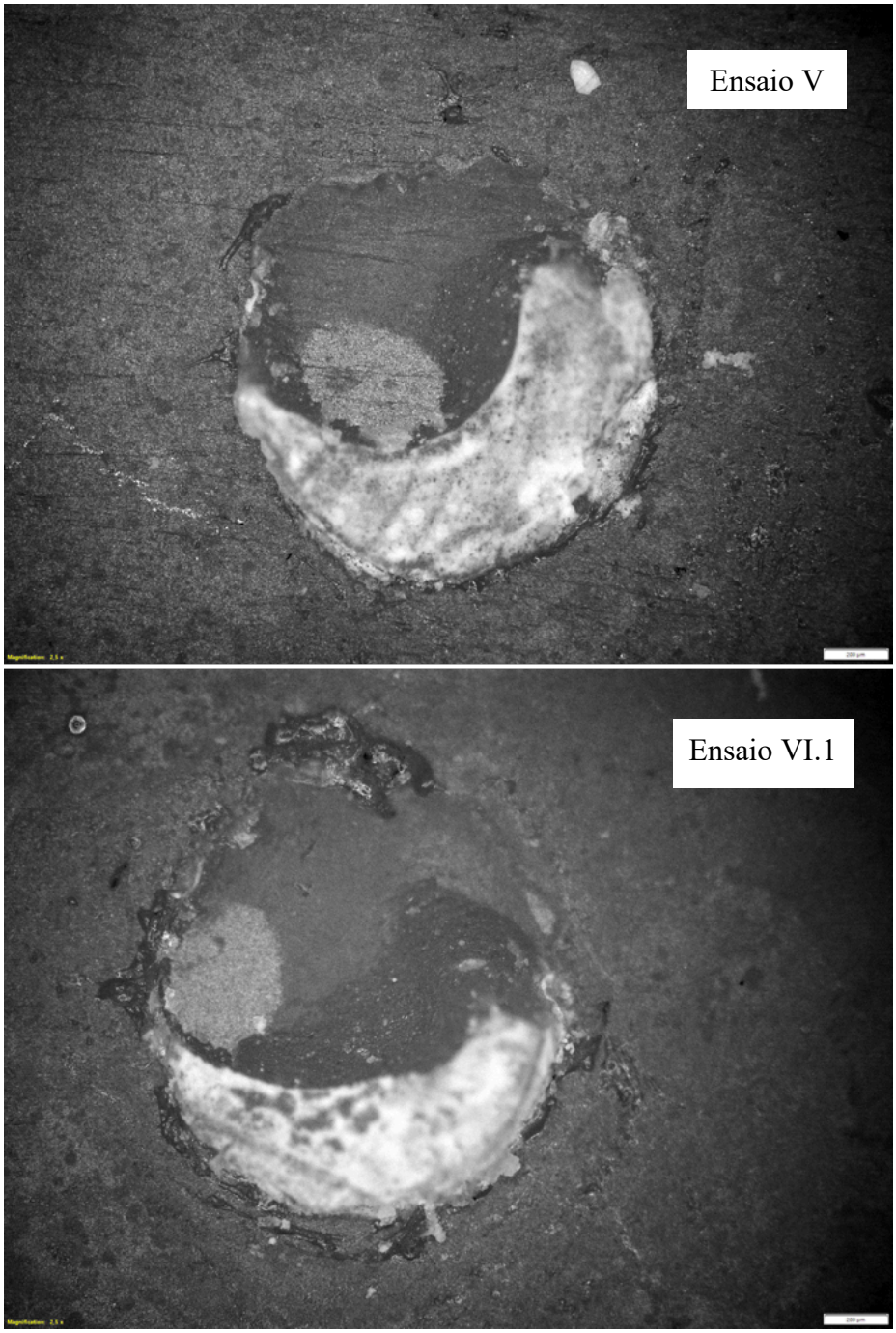
A análise do gráfico não cria uma relação direta com todas as imagens das fraturas analisadas em microscopia óptica, entretanto as imagens dos ensaios V (linha amarela) e VI.1 (linha rosa) são imagens com o mesmo aspecto de fratura, alta força de cisalhamento e com deslocamentos iguais. Neste Grupo, os ensaios com menor deslocamento também são os ensaios com menor força até a fratura, pois, como ilustra o gráfico, valores altos da força de cisalhamento, em sua maioria, são vistos ao longo do deslocamento. Um deslocamento prolongado antes da fratura pode indicar uma maior capacidade de deformação do material e neste caso, maior força.

5.3.6.2 Classificação das Fraturas

As superfícies fraturadas foram analisadas em microscopia óptica, com a classificação das fraturas sendo predominantemente mista no Grupo Z2. Dos quatorze ensaios realizados com as dez amostras do Grupo Z2, onze tiveram a fratura classificada como mista e três, apresentaram fratura coesiva. Nenhuma imagem de

fratura adesiva. Na Figura 40, dois exemplos de fraturas mistas, referentes ao ensaio V e VI.1.

Figura 40 - Fratura - Grupo Z2



Fonte: Elaborado pela autora em MO Olympus BX51M, 2024

As imagens classificadas como mistas, com exceção de três ensaios (I, III e VII.2), apresentaram uma aparência similar, como está exemplificado na Figura 40. As imagens com mesmo aspecto, não possuem a mesma força de cisalhamento.

5.4 ESPÉCIMES DE DENTINA - GRUPO D

Os corpos de prova de dentina permaneceram em água destilada entre todos os processos, sendo retirados somente para realizar cada etapa descrita no capítulo 2. Na etapa da cimentação, em cada uma amostra das dez amostras preparadas de dentina, foi cimentado quatro cilindros de cimento resinoso, entretanto, uma amostra se manteve com três cilindros após a remoção do tubo de silicone e da fita dupla face, duas amostras se mantiveram com dois cilindros e sete amostras, com um cilindro somente. No armazenamento, a amostra VI fraturou e não foi realizado o ensaio mecânico, somente a análise em microscopia óptica para a classificação da fratura em adesiva. Portanto, o ensaio mecânico de cisalhamento foi realizado em nove corpos de prova de dentina.

5.4.1 Adesão

5.4.1.1 Resistência Adesiva

Os valores de resistência adesiva para cada amostra, com os valores da tensão ao cisalhamento, desvio padrão e classificação das fraturas do Grupo D, estão detalhados na Tabela 13

Tabela 13 - Resistência adesiva - Grupo D

GRUPO D	1 (N)	2 (N)	3 (N)	MÉDIA (N)	FORÇA DE CISALHAMENTO	Área (mm^2)	Tensão (MPa)	Desvio Padrão	Média (Mpa)	TIPO DA FRATURA
I					2,469		6,066			MISTA
II					3,558		8,742			MISTA
III	7,843	9,035		8,439	8,439		20,735			MISTA MISTA
IV					3,15		7,740			MISTA
V					3,769		9,260			MISTA
VI						0,407		4,417	10,628	ADESIVA
VII	5,257	3,537	6,795	5,196	5,1963		12,767			MISTA MISTA MISTA
VIII	6,766	1,714		4,24	4,24		10,418			MISTA ADESIVA
IX					5,125		12,592			MISTA
X					2,984		7,332			MISTA

Excel para Mac

A média dos ensaios mecânicos nas amostras com mais de um ensaio, compôs o valor da força de cisalhamento. O cálculo nesta Tabela 13, inclui os valores de todos os ensaios mecânicos realizados nas nove amostras de dentina

Reunindo os gráficos de cada amostra fraturada, produzidos pelo próprio *software* da máquina de ensaios mecânicos, foi possível avaliar os diferentes deslocamentos até a fratura, ilustrando os comportamentos diversos de cada amostra sob tensão (Figura 41).

Figura 41 - Força de Cisalhamento - Grupo D

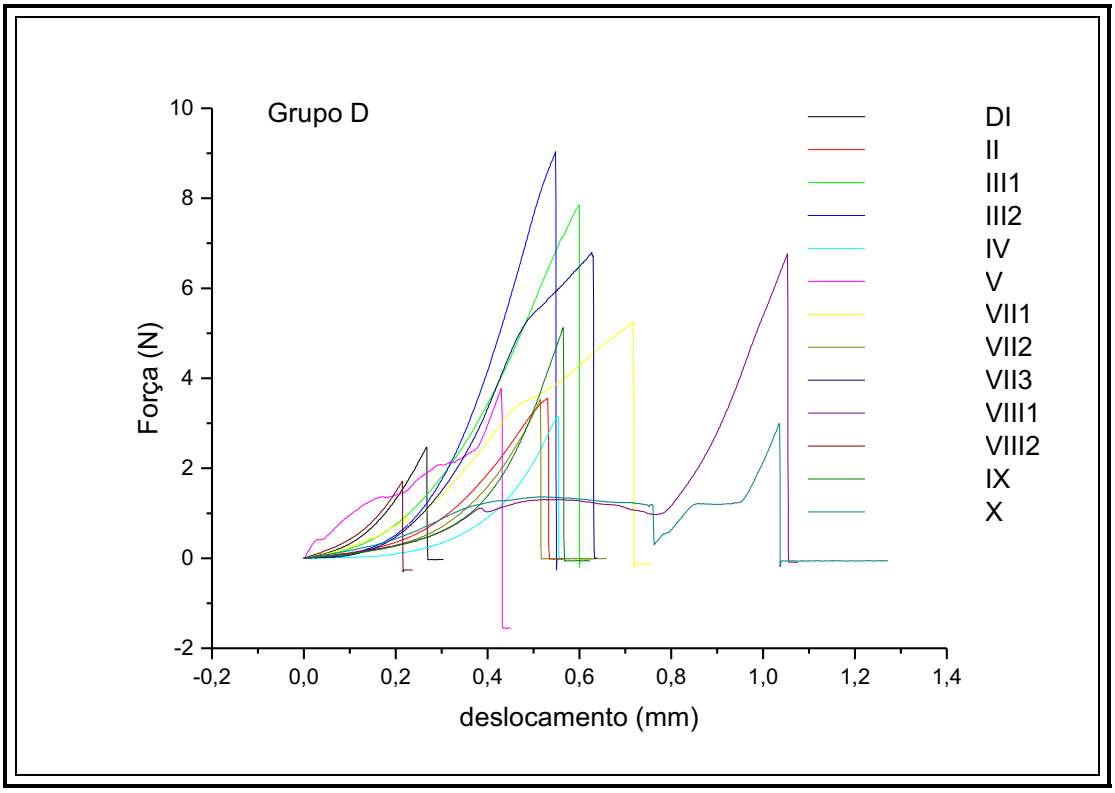


Gráfico do momento da fratura de cada corpo de prova

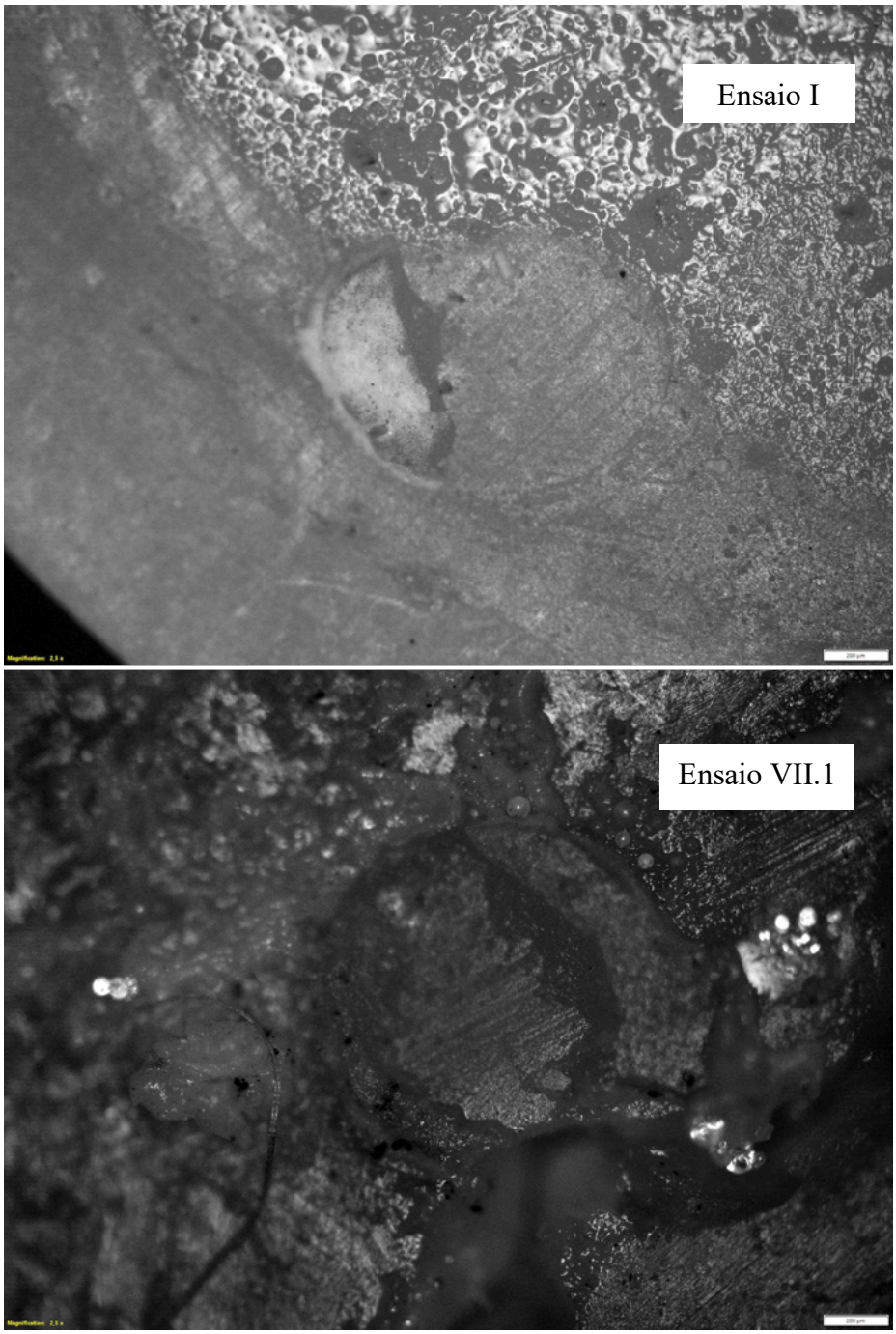
A análise do gráfico da força de cisalhamento do Grupo D, mostra que se encontram em um deslocamento médio, os maiores valores para fratura, ainda que em um deslocamento maior, tenha registro de forças contrastantes, como nos ensaios VIII (6,76 N) e X (2,98 N), ambos com deslocamentos similares (entre 1,0 e 1,1 milímetros).

5.4.1.2 Classificação das Fraturas

As superfícies fraturadas foram analisadas em microscopia óptica, com a classificação das fraturas sendo predominantemente mista. Dos treze ensaios realizados, doze fraturas foram classificadas como mista e somente uma fratura, foi

classificada como adesiva. Na imagem da Figura 42, dois exemplos das análises realizadas: os ensaios I e VII.1.

Figure 42 - Fratura - Grupo D



Fonte: Elaborado pela autora em MO Olympus BX51M, 2024

As amostras de dentes foram preparadas para expor a dentina mais superficial e nas análises de microscopia óptica, é nítido perceber que onde houve adesão há a presença de esmalte entre a dentina.

5.5 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS

Os resultados foram apresentados, até este momento, por análise realizada e dividida por grupo, permitindo uma visão detalhada de cada conjunto de dados de forma isolada. Abaixo os resultados estão apresentados de maneira comparativa e com os dados estatísticos realizados, para uma visão integrada que facilita a identificação de diferenças e semelhanças das variáveis estudadas entre os grupos analisados.

5.5.1 Rugosidade e Molhabilidade

Os dados estatísticos das análises quantitativas de rugosidade e molhabilidade encontram-se na Tabela 14. Foi realizada análise ANOVA simples, um fator ($p \leq 0,05$) em três níveis (Grupo Z, Z1 e Z2) e aplicado o teste de *Tukey* para identificar quais as médias que tomadas duas a duas, diferem significantemente entre si.

Tabela 14 - Análises quantitativas - Grupos Z/ Z1/ Z2

GRUPO	Ra	Ry	Rq	Ângulo Médio
Z	0,46 ± 0,1 (B)	2,5 ± 0,7 (B)	0,57 ± 0,2 (B)	73,347º ± 3,601 (B)
Z1	1,95 ± 0,5 (A)	10,49 ± 2,6 (A)	2,44 ± 0,7 (A)	127,735º ± 4,665 (A)
Z2	0,3 ± 0,1 (B)	1,86 ± 0,3 (B)	0,38 ± 0,1 (B)	67,238º ± 3,71 (B)

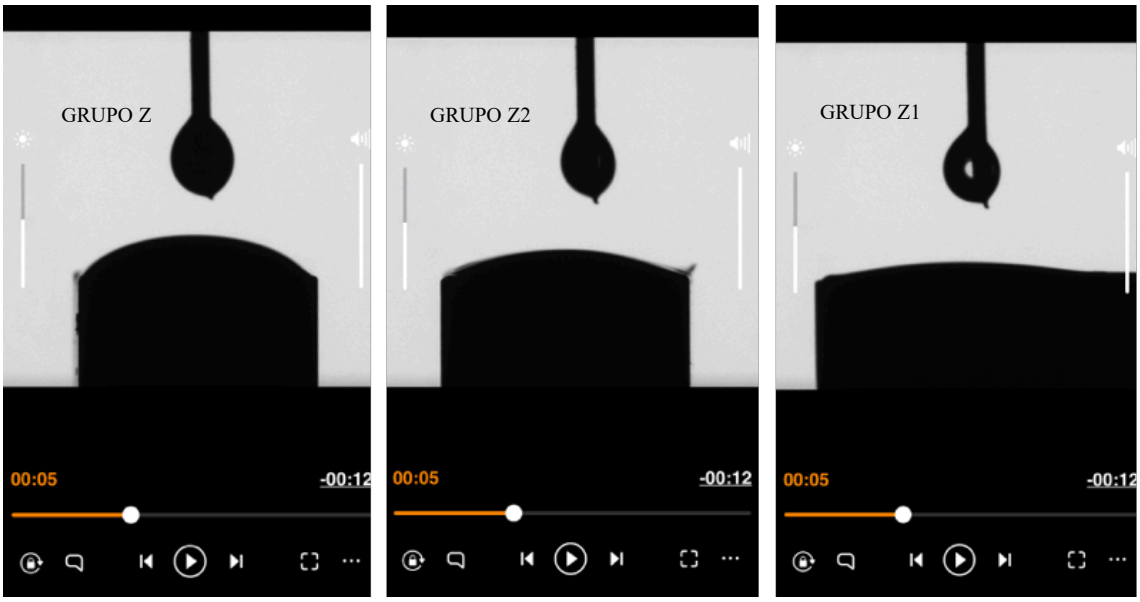
* Letras diferentes significam diferenças estatísticas significantes entre os grupos.

Na Tabela 14, os valores das médias estão acompanhados dos valores de desvio padrão e as letras (A) e (B), indicam diferença estatística entre os tratamentos ($p \leq 0,05$). O Grupo Z1, sinalizado pela letra (A), é estatisticamente diferente dos demais grupos, quando comparado as variáveis de rugosidade e molhabilidade. O Grupo Z e Z2, não possuem diferenças significativas entre si para qualquer um dos parâmetros indicados pela letra B. São estatisticamente semelhantes entre si.

Em molhabilidade, um filme da gota de água e da gota de primer, foi realizado por cada Grupo, gerando um tempo total de aproximadamente 6 e 12 segundos de filme, respectivamente. Nas Figuras 43 e 44, encontram-se ilustrados os registros de um momento desses filmes das gotas do primer e da água, sobre os corpos de prova de zircônia de cada Grupo. Os registros das imagens, foram realizadas no mesmo

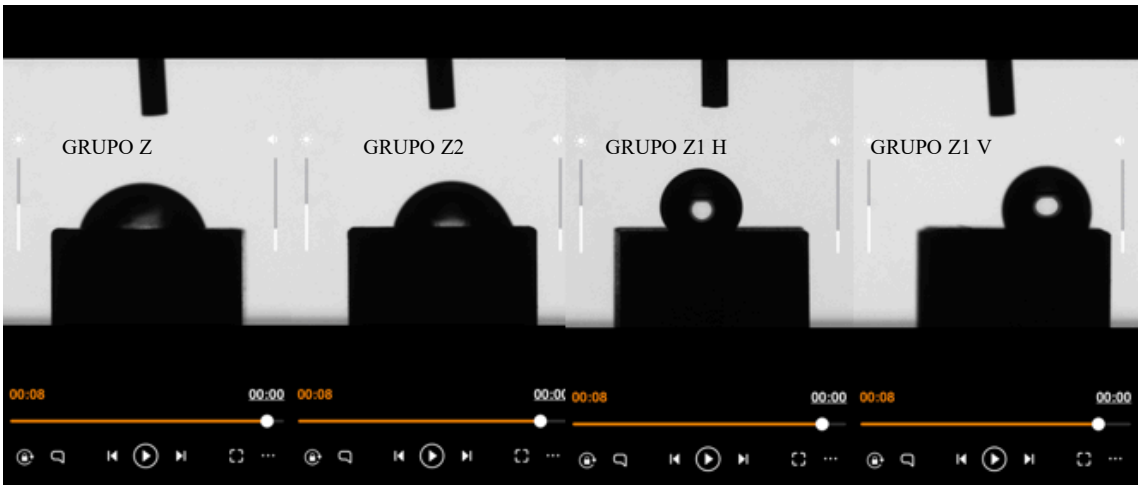
tempo de espalhamento, com as gotas do primer em cinco segundos de vídeo e os registros das imagens com as gotas de água, em oito segundos de vídeo, para todos os grupos

Figura 43 - Molhabilidade *Clearfil™Ceramic Primer* - Grupos Z/Z1/Z2



Fonte: Captura da tela do aplicativo VLC para Mac, 2024

Figura 44 - Molhabilidade água - Grupos Z/Z1/Z2



Fonte: Captura da tela do aplicativo VLC para Mac, 2024

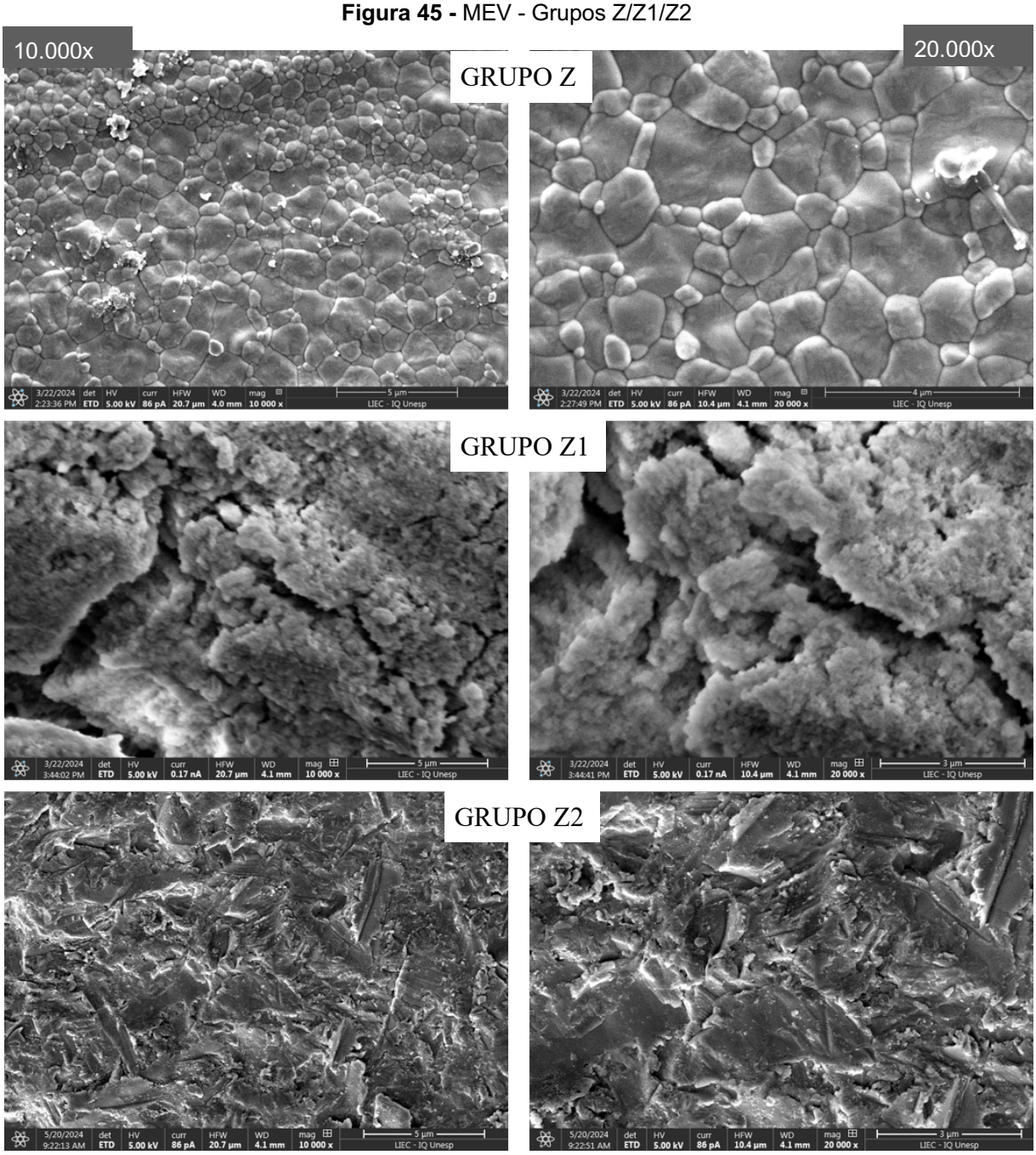
Nota-se a ausência da formação de ângulos nas imagens da Figura 43, em contraste com as imagens na Figura 44, onde é visto a formação da gota e o aspecto hidrofóbico na amostra do Grupo Z1

.

5.5.2 MEV e EDS

Na Figura 45 as imagens em MEV com magnificação 10.000x (HFW 20,7) e 20.000x (HFW 10,4 μm), HVDC 5.00 kV dos Grupos Z, Z1 e Z2.

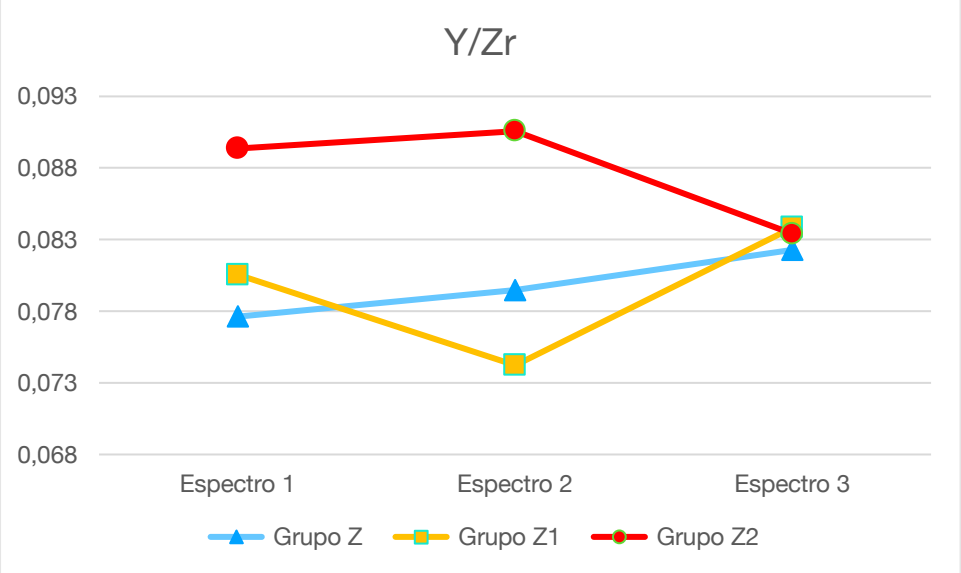
Figura 45 - MEV - Grupos Z/Z1/Z2



Na Figura 46, o gráfico ilustrando o cálculo da variação relativa do ítrio sobre o zircônio nos espectros resultantes do EDS por grupo. As intensidades registradas na energia escolhida do momento do pico de ítrio em 1.68 keV, foi dividido pelas

intensidades registradas do pico de zircônio em 2.04 keV em cada um dos três espectros. A média dos três valores indicou a intensidade de aproximadamente 8% de ítrio em relação ao zircônio nas amostras dos Grupos Z e Z1, e um aumento de aproximadamente 1% na amostra do Grupo Z2. Essa diferença pode justificar os dados de difração de raios-X do Grupo Z2, com aumento e deslocamento dos padrões de difração de fase cúbica em comparação com a zircônia sem modificação.

Figure 46 - Gráfico Y/Zr EDS - Grupo Z/Z1/Z2

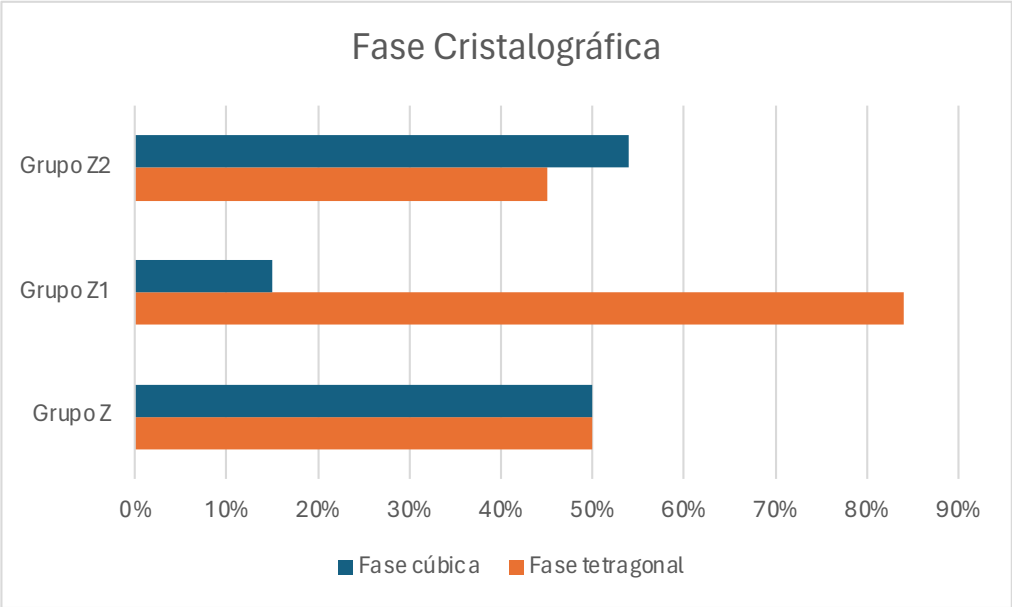


Excel para Mac

5.5.3 Difração de raios-X

A Figura 47 ilustra as variações percentuais nas fases cristalográficas dos Grupos Z, Z1 e Z2, conforme determinado por difração de raios-X. Essas variações sugerem que o tratamento aplicado a cada grupo influenciou diretamente a estabilidade das fases cristalinas.

Figure 47 - Fase Cristalográfica DRX - Grupo Z/Z1/Z2



Excel para Mac

5.5.4 Resistência Adesiva

Para uma base estatística mais robusta e equilibrada para a interpretação dos resultados, as informações sobre a tensão de cisalhamento foram obtidas a partir de cálculos realizados com o número total da amostra (n) composta por 8 corpos de prova de cada grupo. Foi necessário ajustar a análise estatística dos dados para todos os grupos, devido à falta de adesão na superfície em duas amostras do Grupo Z1 e em uma amostra do Grupo D, garantindo, desta maneira, a consistência e comparabilidade dos resultados. Uma amostra aleatória foi excluída do Grupo D e duas amostras aleatórias foram excluídas do Grupo Z2.

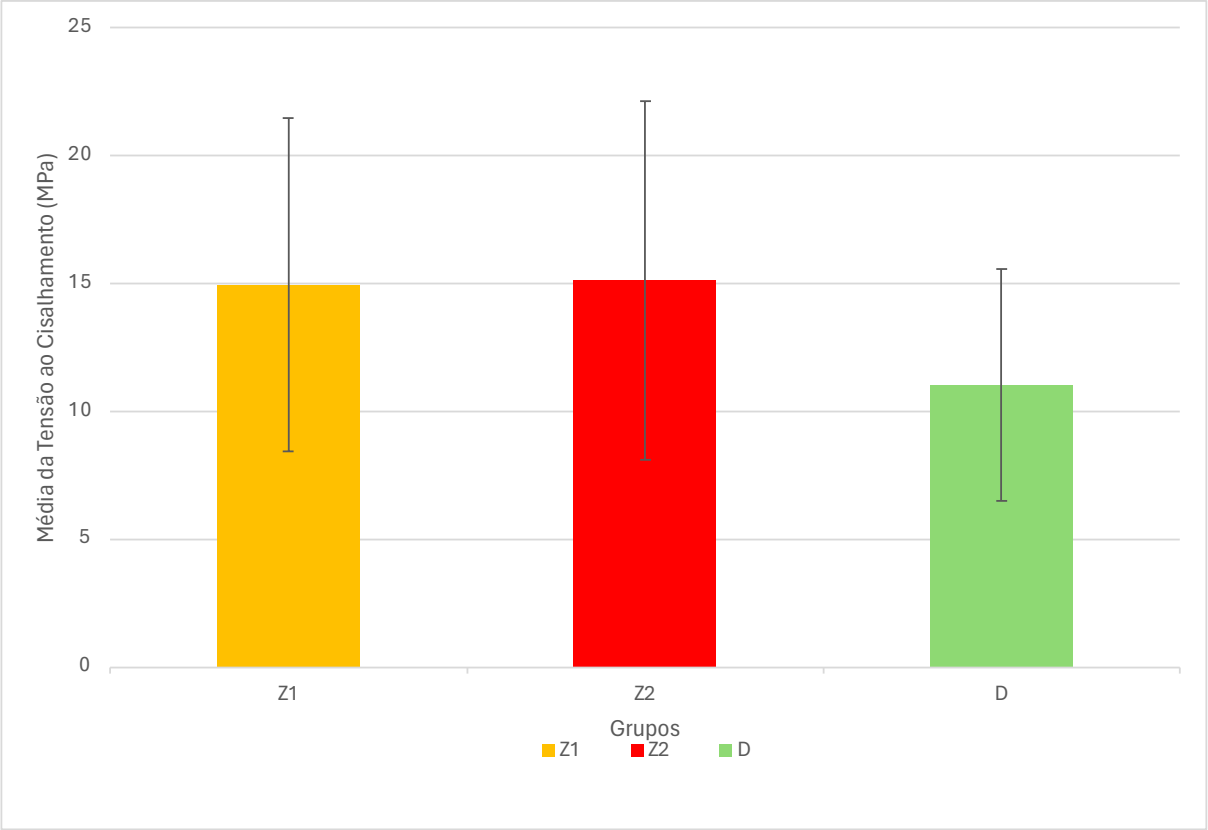
Os dados estatísticos da tensão ao cisalhamento com suas médias e desvios-padrão estão reunidos na Tabela 15 e a Figura 48 ilustra a distribuição das forças de cisalhamento por grupo.

Tabela 15 - Tensão ao cisalhamento - Grupos Z1/Z2/D

Grupos	Corpos de Prova	Média da Força de Cisalhamento (Mpa)	Desvio Padrão
Z1	8	14,957	6,504
Z2	8	15,124	7,011
D	8	11,04	4,533

Excel para Mac

Figura 48 - Resistência adesiva -Grupo Z1/Z2/D



Excel para Mac

Os valores das forças de cisalhamento do Grupo D, apresentaram os menores valores médios e os valores dos Grupos Z1 e Z2 tornaram-se mais próximos com a remoção dos dados aleatórios do Grupo Z2. Conforme análises estatísticas, os grupos não possuem diferenças significativas entre si nesta pesquisa.

A necessidade de ensaios em um maior número de corpos de prova mostrou-se importante, mesmo as análises estatísticas sendo baseadas em um número pequeno de amostras.

As análises estatísticas do Teste F e Teste T, reunidas na Tabela 16, aceitam a hipótese nula de que as médias das tensões ao cisalhamento nos Grupos Z1, Z2 e D são iguais para todas as comparações.

Tabela 16 - Análise estatística - Ensaio Mecânico

Teste F: duas amostras para variâncias	Z2 x Z1	
	Variável 1	*Variável 2*
Média	15,12469287	14,95792383
Variância	49,16547726	42,31460703
Observações	8	8
gl	7	7
F	1,161903199	
P(F<=f) uni-caudal	0,424074103	> 0,05
F crítico uni-caudal	3,78704354	

Teste T: duas amostras com variâncias iguais		Z2xZ1
	Variável 1	*Variável 2*
Média	15,12469287	14,95792383
Variância	49,16547726	42,31460703
Observações	8	8
Variância agrupada	45,74004214	
Hipótese de diferença de média	0	
gl	14	
Stat t	0,049317057	
P(T<=t) uni-caudal	0,480681654	
t crítico uni-caudal	1,761310136	
P(T<=t) bi-caudal	0,961363309	> 0,05
t crítico bi-caudal	2,144786688	

Teste F: duas amostras para variâncias	Z2 X D	
	Variável 1	*Variável 2*
Média	15,1246929	11,0400184
Variância	49,1654773	20,5491346
Observações	8	8
gl	7	7
F	2,3925814	
P(F<=f) uni-caudal	0,13623667	> 0,05
F crítico uni-caudal	3,78704354	

Teste T: duas amostras com variâncias ig	Z2 x D	
	Variável 1	*Variável 2*
Média	15,1246929	11,0400184
Variância	49,1654773	20,5491346
Observações	8	8
Variância agrupada	34,857306	
Hipótese de diferença de média	0	
gl	14	
Stat t	1,384	
P(T<=t) uni-caudal	0,09405862	
t crítico uni-caudal	1,76131014	
P(T<=t) bi-caudal	0,18811723	> 0,05
t crítico bi-caudal	2,14478669	

Teste F: duas amostras para variâncias	Z1 x D	
	Variável 1	*Variável 2*
Média	14,9579238	11,0400184
Variância	42,314607	20,5491346
Observações	8	8
gl	7	7
F	2,05919168	
P(F<=f) uni-caudal	0,18068817	> 0,05
F crítico uni-caudal	3,78704354	

Teste T: duas amostras com variâncias ig	Z1 x D	
	Variável 1	*Variável 2*
Média	14,9579238	11,0400184
Variância	42,314607	20,5491346
Observações	8	8
Variância agrupada	31,4318708	
Hipótese de diferença de média	0	
gl	14	
Stat t	1,39765128	
P(T<=t) uni-caudal	0,09198634	
t crítico uni-caudal	1,76131014	
P(T<=t) bi-caudal	0,18397267	> 0,05
t crítico bi-caudal	2,14478669	

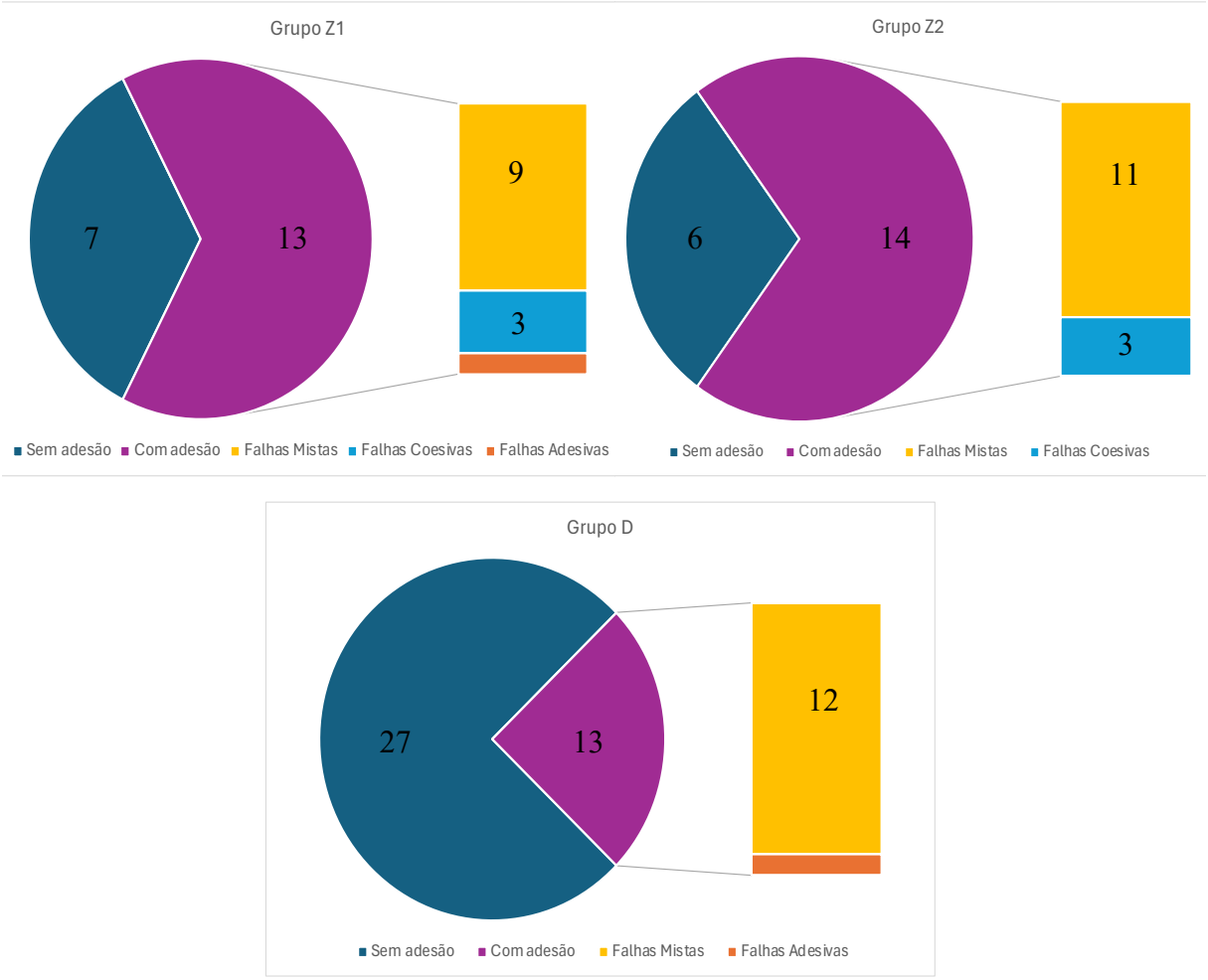
Comparação	Estatística T	Valor p	α = 0,05
Z2 - Z1	0,049	0,96	Ho aceita
Z2 - D	1,384	0,19	Ho aceita
Z1 - D	1,398	0,18	Ho aceita

5.5.5 Classificação das Fraturas

Nas imagens da Figura 49 é ilustrada a distribuição dos modos de falha em cada grupo. O tipo de falha mais frequente foi a falha mista com a maior parte

composta por restos de cimento resinoso permanecendo nas amostras. O modo de falha misto foi detectado em todos os grupos, sendo mais observado no Grupo D (92%) seguido pelo Grupo Z2 (79%) e pelo Grupo Z1 (69%). Entretanto é importante considerar as tentativas de adesão em cada grupo e a partir deste número, avaliar o universo que foi submetido ao ensaio mecânico.

Figura 49 - Adesão x Falha - Grupo Z/Z1/D

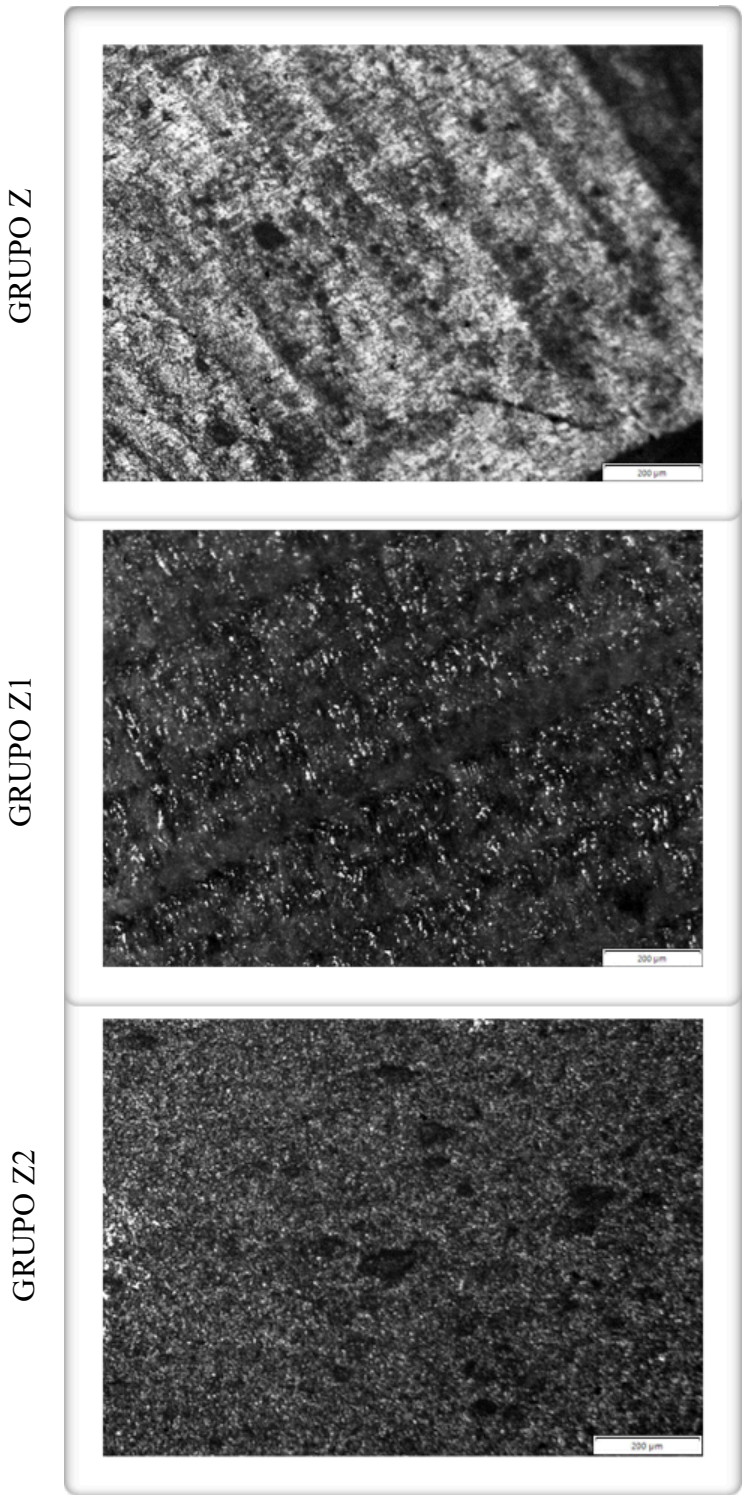


A maior parte das falhas mistas do Grupo Z1 arrancaram parte da superfície de zircônia e tanto o Grupo Z1 quanto o Grupo Z2 apresentaram o número total de três falhas coesivas.

5.5.6 Microscopia Óptica

Por fim, a comparação das imagens analisadas em microscopia óptica. Na Figura 50, as imagens capturadas com um lente objetiva de 5x, revelam a superfície da amostra do Grupo Z, o padrão de modificação a *laser* do Grupo Z1 e a textura irregular do Grupo Z2. A barra de escala corresponde a 200 µm.

Figura 50 - Microscopia Óptica – Grupo Z/Z1/Z2



Fonte: Elaborado pela autora em MO Olympus BX51M, 2024

6 DISCUSSÃO

Neste estudo, analisamos como dois métodos de modificação da superfície da zircônia translúcida multicamada influenciam a resistência adesiva ao cisalhamento. Os resultados obtidos por difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de energia dispersiva de raios-X, microscopia óptica, juntamente com a medição da rugosidade e molhabilidade da superfície da zircônia, proporcionam uma interpretação mais precisa dos diferentes modos de falha e valores de resistência adesiva observados no ensaio mecânico.

É importante considerar como as modificações superficiais podem afetar os padrões de difração observados. As alterações na orientação cristalina da superfície, devido à modificação mecânica, podem resultar em mudanças nos picos de difração, como picos de difração adicionais pela presença de fases cristalinas adicionais ou deslocados pela nova constituição das fases.

Nas amostras de zircônia do Grupo Z1, com a superfície alterada por feixe de *laser* Yb: YAG, a fase tetragonal aumentou 34% em relação a composição apresentada pela amostra de zircônia sem modificação de superfície. Foi definido, portanto, melhor o pico de difração, tornando a superfície composta em sua maioria pela fase tetragonal, com diminuição acentuada da fase cúbica e ausência de transformação para a fase monoclínica.

Farhat (2013) investigou o efeito do *laser* Yb:YAG na estrutura cristalina da zircônia e diferente desta pesquisa, encontrou a manutenção da fase tetragonal sem registrar alteração na estrutura cristalina. A zircônia sem a modificação de superfície, não apresentava a fase cristalina cúbica.

Comparando ao estudo de Abu Ruja, De Souza e Finer, (2019), as amostras modificadas com feixes de *laser,* também não apresentaram indução de transformação de fase monoclínica, entretanto apresentaram, assim como em Farhat (2013), a manutenção da fase tetragonal, mantendo-se semelhante ao grupo controle. O *laser* utilizado, foi um *laser* ultrarrápido de ortovanadato de ítrio dopado com neodímio (Nd: YVO4).

A alteração da fase cristalográfica nas amostras modificadas por feixe de *laser* Yb: YAG, na atual pesquisa, com redução da fase cúbica e crescimento da fase tetragonal, poderia ser entendida como um aprimoramento das propriedades mecânicas da amostra, com maior resistência ao desgaste, à flexão e alta tenacidade

à fratura de acordo com os estudos de Chevalier *et al.* (2009). Entretanto, ao analisar em microscopia óptica os modos de falha ocorridos no ensaio mecânico do Grupo Z1, a presente pesquisa encontrou fraturas da superfície da zircônia em baixas tensões de cisalhamento (5,63 ± 6,50 MPa).

Nas amostras de zircônia multicamadas com a superfície alterada por jateamento com óxido de alumínio de 50 µm (Grupo Z2), os padrões de difração da fase cúbica, apresentados no difratograma de raios-X, foram deslocados e a composição cristalográfica apresentou uma diminuição da fase tetragonal em 5% com aumento da fase cúbica em 4% sem haver transformação para fase monoclínica.

Martins *et al.* (2014) avaliaram a transformação de fase cristalográfica da zircônia com o condicionamento de superfície por jateamento de óxido de alumínio de 110 µm e registraram o aumento da porcentagem de fase monoclínica, assim como foi visto no estudo de Abu Ruja, De Souza e Finer, (2019), que utilizou o tamanho de partícula do óxido de alumínio de 50 µm, similar à presente pesquisa.

Na presente pesquisa, não houve transformação para fase monoclínica como consequência do jateamento, e é possível que o método de controle visual sugerido por Kern (2010), como foi baseado esta metodologia, tenha assegurado a modificação adequada da superfície do Grupo Z2, sem prejuízo da composição de sua estrutura.

No estudo de Alagiriswamy *et al*. (2020), após jateamento com partículas de 50 µm de óxido de alumínio, os resultados por difração de raios-X não indicaram nenhuma transformação de fase e ainda relataram a manutenção da fase cristalina tetragonal, o que também difere dos resultados apresentados nesta pesquisa, já que houve uma diminuição desta fase.

É necessário realizar mais pesquisas para compreender não apenas o aumento da fase cristalina cúbica no Grupo Z2 em porcentagem e parâmetros de rede, mas também para investigar o deslocamento dos padrões de difração em comparação aos padrões catalogados no *software*.

A análise elementar por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X da amostra do Grupo Z2, indicou maior presença do elemento químico Ítrio (Y) em relação ao elemento químico Zircônio (Zr) (9%) quando comparada com as análises feitas nas amostras do Grupo Z (8%) e Z1 (8%). Este dado pode estar correlacionado com o incremento na fase cristalina cúbica e a modificação estrutural, vista como deslocamento nos parâmetros de rede, relatado nas análises de difração de raios-X do Grupo Z2 nesta pesquisa.

Qiang *et al.* (2015) apresentaram nos resultados da análise EDS uma diminuição acentuada do teor do elemento Zr na interface de colagem das superfícies de zicônia 3Y-TZP, jateadas com partículas de 110 μm e 80 μm.

Tostes *et al*. (2017) jatearam a superfície da zircônia translúcida com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e as análises por difração de raios-X e EDS também apresentaram alargamento assimétrico do pico de difração, surgimento de fase cúbica e diminuição da concentração de Zr paralelamente ao surgimento do elemento químico Alumínio. Tostes *et al*. (2017) explicam que a maior presença da fase cúbica, após a modificação de superfície, observada em seus estudos, é atribuída ao fato de que o jateamento gera mais tensões de compressão na superfície da zircônia do que tensões de tração e cisalhamento. As zircônias estudadas não possuíam fase cúbica antes das modificações de superfície e o artigo não discorre sobre a diminuição no teor de Zr, além de não incluir dados sobre o teor de Y.

Os dados calculados em EDS no Grupo Z2, nesta investigação, podem estar relacionados com a diminuição do elemento químico Zr e manutenção do elemento químico Y, levando a um maior valor porcentual do elemento Y.

Os parâmetros escolhidos para a avaliação da rugosidade foram a rugosidade média (Ra), uma medida quantitativa da aspereza da superfície, a rugosidade máxima (Ry), indicando a presença de picos ou vales proeminentes e o parâmetro de rugosidade média quadrática (Rq), oferecendo uma indicação da dispersão das alturas, saliências e depressões, sendo um parâmetro útil para avaliar a qualidade superficial (Mummery, 1992).

Neste estudo, a rugosidade de superfície das amostras do Grupo Z apresentou um valor médio de Ry de 2,50 ± 0,7 μm (média ± desvio padrão), o que indica que os procedimentos de fresagem CAD/CAM, incluindo as ferramentas, as configurações e o ambiente, constroem irregularidades (Le; Larsson; Papia, 2019). As imagens de microscopia óptica ilustram esses resultados levantados a respeito da rugosidade das amostras de zircônia multicamadas sem modificação de superfície.

Todos os parâmetros avaliados nas amostras do Grupo Z tiveram seus valores médios maiores que o Grupo Z2, porém, a diferença de valores é pequena, podendo afirmar, assim como no estudo de Le, Larsson e Papia, (2019), que a superfície do grupo de zircônia não tratada estava mais parecida com a estrutura da superfície de zircônia jateada. Estatisticamente, nesta pesquisa, o Grupo Z e Z2 não possuem diferenças significativas entre si. Entretanto, essa similaridade no estudo de Le,

Larsson e Papia, (2019) ocorreu entre as amostras de zircônia convencional, mesmo tendo sido utilizado o tamanho de partícula de 110 µm. Na zircônia translúcida, houve maior diferença na rugosidade superficial entre o grupo não tratado e o grupo jateado. Este estudo utilizou somente a zircônia translúcida.

Alagiriswamy *et al*. (2020) e Wongsue et al. (2023) encontraram um aumento estatisticamente alto e significativo na rugosidade superficial média para o grupo de zircônia jateada com partículas de 50 µm de óxido de alumínio em comparação com o grupo de zircônia não tratado. Neste presente estudo, a zircônia multicamada translúcida monolítica apresentou menores valores de rugosidade de superfície, em todos os parâmetros, após a modificação com jato de óxido de alumínio de 50 µm e estatisticamente, diferente das pesquisas citadas, assemelha-se com o grupo de zircônia não tratado.

O jateamento com óxido de alumínio do Grupo Z2 tornou as superfícies da zircônia menos ásperas, com a menor presença de picos ou vales, menos texturizada e mais lisa.

Os resultados da avaliação da rugosidade de superfície (média ± desvio padrão) das amostras do Grupo Z1 (Ra:1,95 ± 0,5 µm, Ry:10,49 ± 2,6 µm, Rq:2,44 ± 0,7 µm) demonstraram que uma maior rugosidade e perfil de profundidade foram produzidos pela irradiação do feixe de *laser* Yb: YAG, resultando em uma superfície bem mais texturizada que a superfície do Grupo Z (Ra: 0,46 ± 0,1 µm, Ry: 2,50 ± 0,7 µm, Rq: 0,57 ± 0,2 µm) e Z2 (Ra: 0,30 ± 0,1 µm, Ry:1,86 ± 0,3 µm, Rq: 0,38 ± 0,1 µm). Em contraste com esse resultado, Akyil, Uzun e Bayindir (2010), apesar de terem observado que a irradiação com *laser* criou uma aparência superficial rugosa com vazios, constataram que os parâmetros de rugosidade foram semelhantes aos alcançados pelo jateamento com óxido de alumínio, produzindo, ainda assim, uma textura adequada para cimentação resinosa. Estes pesquisadores não utilizaram o *laser* Yb: YAG.

Tuncel, Turp e Usumz (2015) irradiaram a zircônia com feixe de *laser* Yb e alcançaram uma rugosidade superficial média (2,90 ± 0,69 µm), maior que os parâmetros de rugosidade do grupo controle (0,46 ± 0,1 µm), com valores próximos aos alcançados neste estudo. Os ajustes utilizados foram 85 W/25 kHz a uma velocidade de 600 mm/s.

Em Abu Ruja, De Souza e Finer (2019), os valores de rugosidade média, assim como no estudo de Akyil, Uzun e Bayindir (2010), não foram significativamente

diferentes entre os tratamentos de superfície e todas as amostras apresentaram parâmetros maiores de rugosidade que a zircônia sem modificação de superfície. Ambos os estudos tiveram grupos com a superfície modificada com jato de óxido de alumínio (50 µm e 110 µm) e grupos com a superfície modificada com *laser* (Nd: YVO4 e Er: YAG). Estes resultados contrastam com a atual pesquisa.

A maior rugosidade e o perfil de profundidade gerados pelo feixe de *laser* Yb: YAG na superfície da zircônia do Grupo Z1, podem ter facilitado o processo de adesão ao cimento resinoso devido a maior facilidade em manter dois cilindros aderidos à superfície.

Em Tuncel, Turp e Usumez (2015), apesar do registro de maior rugosidade no grupo modificado com *laser*, os valores de resistência ao cisalhamento foram menores que o grupo jateado com partículas de 50 µm e concluíram que a avaliação apenas da rugosidade superficial não é suficiente para suposições sobre os ensaios de resistência adesiva

Nos resultados dos ensaios mecânicos neste estudo, estatisticamente, não houve diferença significativa entre os Grupos Z1 e Z2, mesmo apresentando dados distintos no parâmetro de rugosidade. É importante registrar que o grupo com os maiores parâmetros de rugosidade, o Grupo Z1, também apresentou os menores valores de força máxima ao cisalhamento, entre estes dois grupos analisados (2,11N, 2,13N, 2,45N). Com isso, assim como Tuncel, Turp e Usumez (2015) afirmaram, a avaliação apenas da rugosidade superficial, não é suficiente para estimativas sobre os ensaios mecânicos.

Pelas imagens de microscopia óptica, o Grupo Z1 passou a apresentar uma superfície rugosa regular e uniforme com um padrão de gravação controlado com sulcos e regiões visíveis e as imagens do Grupo Z2, mostram uma superfície irregular, entretanto menos rugosa que a superfície do Grupo Z. Pelas imagens, é possível afirmar que a superfície do Grupo Z2 foi alterada de maneira uniforme ainda que sem um padrão definido de linhas e áreas profundas como no Grupo Z1. Atribui-se essa uniformidade de superfície do Grupo Z2 ao controle visual durante o jateamento.

Entende-se como molhabilidade, a propriedade superficial avaliada pela energia livre de superfície em uma interface sólido – líquido, verificando a maneira como a superfície interage com uma gota. A adesão de um material sobre outro será tanto melhor quanto maiores forem as energias das superfícies envolvidas (Barbosa *et al*., 2017; Darvell; Murray; Ladizesky, 1987).

A interação entre a superfície das amostras de zircônia com a água e o primer foi estudada, nesta pesquisa, pelo método da gota séssil, através da medida do ângulo de contato, considerada um indicador de tensão interfacial e um meio de caracterizar a molhabilidade do substrato. Neste método, a gota colocada sobre a amostra por uma seringa, forma um ângulo de contato na interface que é medida por auxílio de uma câmera de alta resolução e um *software* de análises de imagem (Bruzzone *et al.,* 2008; Darvell; Murray; Ladizesky, 1987; Yuan; Lee, 2013).

Martins *et al.* (2014), constataram que a molhabilidade da zircônia foi influenciada pela modificação de superfície, registrando um ângulo menor (53,08º) nas superfícies jateadas com óxido de alumínio de 110 µm em comparação com o ângulo das superfícies da zircônia sem modificação (98,64º). Estatisticamente, o Grupo Z e Z2, neste presente estudo, não possuem diferenças significativas entre si e o ângulo registrado (média ± desvio padrão) do Grupo Z foi menor (73,34º ± 3,60) que no estudo de Martins *et al*. (2014). A diferença entre os estudos possivelmente encontra-se no tamanho de partícula de óxido de alumínio utilizado e na composição da zircônia.

Em Abu Ruja, De Souza e Finer (2019), os ângulos de contato registrados foram menores para as amostras de zircônia tratada com *laser* (13,70º/ 16,80º), seguido pelas amostras de zircônia modificadas por jateamento com óxido de alumínio a 50 µm (20,64º). Assim como em Martins *et al.* (2014), o jateamento apresentou maior molhabilidade que o grupo controle (50,97º), mesmo as partículas de óxido de alumínio sendo menores.

Nesta presente pesquisa, os ângulos de contato médios formados pela amostra do Grupo Z1 (127,73º ± 4,66) apresentaram os maiores valores e as imagens mostram um resultado compatível com uma superfície hidrofóbica. O Grupo Z2, registrou os menores ângulos durante a análise (67,23º ± 3,71) e apesar de baixa rugosidade, possui valores relacionados a um bom umedecimento.

Alagiriswamy *et al*. (2020), encontraram resultados hidrofóbicos para o grupo controle (98,26º) e assim como nos estudos de Martins *et al.* (2014) e Abu Ruja; De Souza; Finer (2019), o grupo tratado por jateamento apresentou diferença estatisticamente diferente do grupo controle, com maior molhabilidade.

No estudo de Wongsue *et al*. (2023), os resultados dos ângulos de contato para as amostras jateadas com partículas de 50 µm são similares a atual pesquisa (73,18º ± 6,06), mas também concluem que os tratamentos de superfície diminuíram significativamente o ângulo em comparação com o grupo controle.

Wongsue *et al*. (2023) afirmam que uma superfície com maior Ra e maior molhabilidade, estabelecem uma ligação confiável entre o cimento resinoso e zircônia.

Todos os estudos citados em molhabilidade utilizaram zircônias estabilizadas somente na fase tetragonal, com baixo teor de ítria e utilizaram somente a água como líquido para medir o ângulo de contato.

Os resultados estatísticos dos Grupos Z e Z2, que não apresentaram diferenças significativas na rugosidade e nos ângulos de contato pode ser explicado segundo o modelo de Wenzel, que relaciona o parâmetro de rugosidade com a molhabilidade. Para Wenzel, uma superfície quando hidrofílica, com o aumento da rugosidade, tem também seus parâmetros de molhabilidade aumentados em relação a água. Portanto, como os grupos apresentaram valores estatísticos semelhantes para um parâmetro, quimicamente, apresentariam também, valores estatísticos semelhantes para o outro parâmetro (Whyman; Bormashenko; Stein, 2008).

Nesse sentido, seria esperado uma maior molhabilidade para o grupo Z1, que apresentou valores de rugosidade significativamente superiores aos outros grupos, porém, o valor médio do ângulo de contato foi compatível com uma superfície hidrofóbica. Fornaini *et al. (2021)* relataram que a irradiação de zircônia com laser não provocou modificações químicas na superfície em relação aos teores de Zr, O e C. As diferenças observadas para o grupo Z1 não se devem a alterações de energia livre da superfície por modificações químicas, mas sim por modificação da topografia da superfície.

Os resultados em MEV para o grupo Z1 mostraram que a ação do laser provocou a formação de falhas e microfissuras características da fusão a altas temperaturas alcançadas e posterior solidificação. Possivelmente, o comportamento de molhabilidade passou, então, a ser regido pelo modelo de Cassie-Baxter. Esse modelo também considera a rugosidade da superfície, porém em função das características e tamanho das rugosidades, a gotícula de água permanece parcialmente suspensa em bolhas de ar retidas em micro cavidades, provocando um aumento da hidrofobicidade e um maior ângulo de contato (Whyman; Bormashenko; Stein, 2008).

Apesar da superfície do Grupo Z1, quando analisada com água, apresentar um aspecto hidrofóbico, o resultado da resistência adesiva ao cisalhamento não mostrou diferença significativa em comparação com o Grupo Z2, que registrou menores valores de ângulos de contato e uma superfície hidrofílica.

A aplicação do primer de zircônia no protocolo de adesão, que demonstrou excelente molhabilidade nas superfícies dos Grupos Z1 e Z2, pode ter influenciado o resultado dos ensaios mecânicos.

A alta molhabilidade do primer de zircônia (*Clearfil™ Ceramic Primer Plus Kuraray*), impediu a medição dos ângulos de contato no goniômetro, resultando em uma molhabilidade uniforme nas superfícies dos Grupos Z, Z1 e Z2. Este fato pode ter relação com a ausência de diferenças significativas nos ensaios mecânicos entre os Grupos Z1 e Z2.

Na literatura, está bem descrito como *primers* contendo monômero funcional diidrogenofosfato (MDP) melhoram o desempenho da adesão entre resina-zircônia pela formação de interação química (Abdou *et al*., 2023). Entretanto, não foram encontrados estudos na literatura que correlacionem diretamente a molhabilidade do primer com os resultados de resistência adesiva ao cisalhamento em superfícies de zircônia.

Nagaoka *et al*. (2017), avaliaram a interação química e demonstraram os mecanismos de coordenação entre o monômero funcional diidrogenofosfato e o óxido de zircônio. Neste estudo, acredita-se que o primer de zircônia tenha nivelado as disparidades superficiais entre as amostras tratadas com jato e *laser* e influenciado os resultados da resistência ao cisalhamento. No entanto, não se tem as informações sobre a concentração do produto primer utilizado em relação à quantidade aplicada em cada corpo de prova, durante o processo de adesão.

No estudo de Guarino *et al*. (2018) assim como em Akyil, Uzun e Bayindir, (2010), foi investigado os parâmetros operacionais do *laser* para identificar a janela de processamento mais adequada de qualidade superficial. Uma abordagem sistemática foi desenvolvida previamente e esta etapa não foi realizada nesta pesquisa que seguiu os parâmetros já determinados pela máquina. Como resultados, ambos os estudos citados alcançaram valores de rugosidade superficial que refletiram em um aumento da resistência de união da zircônia. O mesmo resultado foi visto no levantamento sistemático e meta-análise de Bitencourt *et al*. (2021).

Kumar *et al.* (2023) estudaram o efeito de tratamentos de superfície da zircônia, na resistência ao cisalhamento do cimento resinoso, por meio de uma revisão sistemática e meta-análise e dentre os artigos selecionados, de acordo com os critérios e inclusão e exclusão, os tratamentos com *laser* foram os que apresentaram menor aumento da resistência adesiva quando comparados ao jateamento com

partículas de óxido de alumínio de 50 µm.

Poucos estudos na Odontologia utilizaram o *laser* industrial Yb: YAG para modificar a superfície. Dentre os critérios de inclusão e exclusão de trabalhos científicos na revisão realizada por Bitencourt *et al*. (2021) até setembro de 2020, somente um artigo utiliza o *laser* Yb em contraste a 31 artigos selecionados que utilizavam o jato de óxido de alumínio.

Como em uma reabilitação protética, onde o cimento resinoso se relaciona em uma face com o material protético e na outra, com a superfície dentinária, a interface da resistência adesiva entre o cimento resinoso e a dentina também foi avaliada. Ao examinar a ligação entre cimento resinoso e zircônia sem a presença do dente, foi viável investigar especificamente essa relação e contrastá-la com a adesão entre cimento resinoso e dentina. Nesse processo, foram consideradas as distintas capacidades de resistência ao cisalhamento das duas superfícies envolvidas em restaurações protéticas: a prótese em zircônia e o dente.

Luhrs *et al.* (2010) concluíram que um valor mínimo de resistência ao cisalhamento para proporcionar uma adesão adequada ao substrato dentário, utilizando *Panavia* F 2.0, deva ser superior a 20 MPa para a dentina.

Os achados nesta presente pesquisa, atingiram o valor médio de resistência ao cisalhamento de 11,04 ± 4,53 MPa. O valor acima de 19 MPa, foi encontrado somente em dois dos treze ensaios realizados. Os resultados nesta pesquisa, não refletem situações favoráveis para a adesão em dentina. A produção de uma superfície plana e extremamente lisa, com a adesão realizada sem pressão e apenas com o pré-tratamento de superfície, conforme instrução do fabricante do cimento resinoso, justifica os resultados encontrados (Ayad; Johnston; Rosenstiel, 2009; Chai; Chu; Chow, 2011; Koodaryan; Hafezeqoran; Poursoltan, 2016).

No estudo conduzido por Chai, Chu e Chow (2011), onde a superfície modificada da zircônia foi aderida à dentina, observou-se que todas as falhas envolveram a superfície dentinária. Independente das alterações realizadas na zircônia, a integridade da adesão foi comprometida na interface com a dentina. Este artigo não incluiu nenhum tipo de *laser* para modificar a superfície em seu estudo.

Nas superfícies jateadas da zircônia do Grupo Z2, segundo os dados estatísticos, o valor médio da resistência adesiva ao cisalhamento (15,12 ± 7,01 MPa) não apresentou diferença significativa com valor médio da resistência adesiva ao cisalhamento na superfície modificada por feixe de *laser* Yb: YAG (14,95 ± 6,50 Mpa)

(p= 0,96) e apesar das diferenças estruturais de superfície, o valor médio da resistência adesiva ao cisalhamento na dentina (11,04 ± 4,53) também não apresentou diferença significativa quando comparada com os grupos de zircônia (p_{z2}=0,19; p_{z1}=0,18).

Altan, Cinar e Tuncelli (2019) avaliaram a resistência ao cisalhamento de uma zircônia monolítica modificada com *laser* e jato de óxido de alumínio com partículas de 50 µm e observaram que as fraturas nos grupos jateados, foram predominantemente mistas e no grupo irradiado a *laser*, o modo de falha mais observado foi a falha adesiva. Observaram também que nos grupos com os menores valores de resistência de união, as falhas adesivas foram mais presentes que nos grupos com os maiores valores. O *laser* utilizado foi o *laser* Er: YAG.

Na presente pesquisa, as análises realizadas identificaram que os modos de falha mista foram predominantes em todos os Grupos Z1, Z2 e D, independente dos valores de resistência ao cisalhamento. Foi encontrado, por exemplo no Grupo Z1, a falha mista sob uma tensão de 5,23 MPa com arrancamento da superfície da zircônia e falha mista sob a tensão de 25,12 MPa com a mesma imagem de arrancamento. No Grupo Z2, não houve fratura da superfície da zircônia, entretanto as falhas mistas também apresentaram imagens com características similares. As falhas mistas com os mesmos aspectos foram encontradas sob as diferentes tensões de 6,63 MPa e 28,98 MPa.

O tipo de falha mista neste estudo foi caracterizado por restos de cimento tendendo a permanecer aderidos no centro das interfaces coladas, dividindo o espaço com parte da superfície da zircônia ou dentina aparente. Segundo o estudo de Sirisha *et al*. (2014), ensaios utilizando corpos de prova com área cimentada inferior a 3 mm^2 são os mais indicados por apresentarem o maior número de falhas na região de interesse e menor suscetibilidade de defeitos críticos.

Braga *et al*. (2010) e Mosharrafet *et al*. (2011) acreditam que o ensaio de cisalhamento produz menos tensões no substrato, com resultados mais padronizados e as tensões encontradas na interface adesiva, com menores possibilidades de falhas coesivas. Contudo, Lopes *et al*. (2021) nos ensaios de cisalhamento com corpos de prova com área de colagem de 0,45 mm^2, como neste estudo, sinalizaram maiores coeficientes de variação e maior número de falhas no pré-teste (46,6% de falhas).

O número total de falhas no pré-teste na presente pesquisa, foi alto, considerando todas as tentativas de construção do cilindro de cimento resinoso

através da matriz de silicone em todos os grupos. Ao todo, foram realizadas 80 tentativas de cimentação em 30 corpos de prova. Entre essas 80 tentativas, 40 cilindros de cimento resinoso (50%) se mantiveram aptos para o ensaio mecânico em 27 corpo de prova.

Dois corpos de prova do Grupo Z1, não tiveram adesão alguma em sua superfície, entretanto foram os mesmos corpos de prova que receberam as análises de difração de raios-X, rugosidade, molhabilidade e observações no microscópio óptico. Ou seja, foram corpos de prova muito manipulados que apesar da limpeza em ultrassom se mantiveram com impurezas superficiais reduzindo as tentativas de adesão na superfície. Somente uma das duas superfícies de cada corpo de prova do Grupo Z1, recebeu a gravação do feixe de *laser* Yb: YAG. O mesmo não aconteceu com as amostras do Grupo Z2, onde todas as duas superfícies de cada corpo de prova, foram jateadas. No Grupo D, um corpo de prova, com somente um cilindro aderido, descolou no armazenamento e não recebeu o ensaio mecânico.

As superfícies de zircônia foram preparadas para a adesão de dois cilindros de cimento resinoso, enquanto a superfície dentinária foi preparada para receber quatro cilindros. Entre as oito amostras do Grupo Z1 que apresentaram adesão, cinco mantiveram dois cilindros de cimento resinoso aderidos à superfície. No Grupo Z2, apenas quatro das dez amostras que apresentaram adesão, mantiveram dois cilindros de cimento resinoso para os ensaios mecânicos. No Grupo D, das nove amostras que apresentaram adesão, somente três amostras se mantiveram com mais de um cilindro aderido.

Com base nos resultados, o Grupo Z1 apresentou uma maior facilidade de adesão utilizando o protocolo estabelecido em Materiais e Métodos. Embora os valores de resistência ao cisalhamento não tenham apresentado diferenças estatisticamente significativas em relação os demais grupos, os resultados demonstraram um excelente comportamento adesivo. Isso sugere que o método utilizado no Grupo Z1 é comparável ao método de jateamento, amplamente considerado o método padrão nos consultórios odontológicos. A modificação de superfície com feixe de *laser* Yb: YAG pode ser uma alternativa eficaz.

Embora a decisão da prática clínica baseada nos resultados dos testes in vitro seja questionável, quando os testes são empregados corretamente, pode-se captar uma ideia do comportamento clínico dos materiais avaliados (Sirisha *et al*., 2014).

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, a pesquisa encontrou resultados que permitiram comparar a resistência adesiva da superfície de zircônia modificada com feixe de *laser* Yb: YAG e jato de óxido de alumínio.

As modificações por feixe de laser Yb: YAG na zircônia comercial multicamada, apresentaram valores de resistência de união similares à zircônia modificada por jato de óxido de alumínio e demonstraram ser uma alternativa ao tratamento de superfície da zircônia.

As avaliações por microscopia eletrônica de varredura evidenciaram a necessidade da busca por parâmetros do feixe de laser Yb: YAG que promovam menos danos a estrutura da superfície.

Os parâmetros de rugosidade avaliados, mesmo apresentando superfícies com aspectos diferentes, não refletiram nos resultados da resistência adesiva.

A molhabilidade avaliada pela formação dos ângulos de contato com a água, mostrou a formação de uma superfície hidrofóbica na zircônia modificada com o feixe de laser Yb: YAG e de uma superfície mais hidrofílica na zircônia modificada por jateamento. Entretanto, este resultado não interferiu nos valores de resistência adesiva. Estatisticamente, não houve diferença significativa. O uso do primer de zircônia pode ter influenciado os resultados desta pesquisa, contudo, esta afirmação requer mais estudos.

A aplicação do feixe de laser Yb: YAG promoveu maiores interações físico-químicas na superfície da zircônia, mas, com danos à estrutura do sistema zircônia/cimento resinoso, verificados nos tipos de falha mista com fratura da superfície de zircônia.

As falhas mistas foram predominantes em todos os grupos submetidos aos ensaios mecânicos.

As superfícies de dentina apresentaram menores capacidades de adesão ao cimento resinoso, mas, estatisticamente, após os ensaios mecânicos, não tiveram diferença significativa para a resistência ao cisalhamento, quando comparadas com os grupos de zircônia modificada.

REFERÊNCIAS

ABDOU, A. et al. MDP-salts as an adhesion promoter with MDP-primers and self-adhesive resin cement for zirconia cementation. **BMC Oral Health**, v. 23, n. 1, p. 907, 22 nov. 2023.

ABDULLAH, A. O. *et al.* Effect of repeated laser surface treatments on shear bond strength between zirconia and veneering ceramic. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 123, n. 2, p. 338.e1-338.e6, fev. 2020.

ABDULSATAR, A. M.; HUSSEIN, B. M. A.; MAHMOOD, A. M. Effects of Different *Laser* Treatments on Some Properties of the Zirconia-Porcelain Interface. **Journal of Lasers in Medical Sciences**, v. 12, p. e2–e2, 13 fev. 2021.

ABU-IZZE, F. O. *et al.* Fatigue behavior of ultrafine tabletop ceramic restorations. **Dental Materials**, v. 34, n. 9, p. 1401–1409, set. 2018.

ABU RUJA, M.; DE SOUZA, G. M.; FINER, Y. Ultrashort-pulse laser as a surface treatment for bonding between zirconia and resin cement. **Dental Materials**, v. 35, n. 11, p. 1545–1556, nov. 2019.

AKYIL, M. Ş.; UZUN, İ. H.; BAYINDIR, F. Bond Strength of Resin Cement to Yttrium-Stabilized Tetragonal Zirconia Ceramic Treated with Air Abrasion, Silica Coating, and Laser Irradiation. **Photomedicine and Laser Surgery**, v. 28, n. 6, p. 801–808, dez. 2010.

AL-ZORDK, W. *et al.* Fracture Resistance and Failure Mode of Mandibular Molar Restored by Occlusal Veneer: Effect of Material Type and Dental Bonding Surface. **Materials**, v. 14, n. 21, p. 6476, 28 out. 2021.

ALAGIRISWAMY, G. *et al*. Surface characteristics and bioactivity of zirconia (Y-TZP) with different surface treatments. **Journal of Pharmacy And Bioallied Sciences**, v. 12, n. 5, p. 114, 2020.

ALBUQUERQUE, P. P. A. C. *et al.* Physicochemical properties and microshear bond strength of experimental self-adhesive resin cements to dentin or yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal. **J Adhes Dent**, v. 21, n. 2, p. 133-41, 2019.

ALTAN, B.; CINAR, S.; TUNCELLI, B. Evaluation of shear bond strength of zirconia-based monolithic CAD-CAM materials to resin cement after different surface treatments. **Nigerian Journal of Clinical Practice**, v. 22, n. 11, p. 1475, 2019.

ARAÚJO, A. M. M. D. et al. Can the Application of Multi-Mode Adhesive be a Substitute to Silicatized/Silanized Y-TZP Ceramics? **Brazilian Dental Journal**, v. 29, n. 3, p. 275–281, maio 2018.

AYAD, M. F.; JOHNSTON, W. M.; ROSENSTIEL, S. F. Influence of dental rotary instruments on the roughness and wettability of human dentin surfaces. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 102, n. 2, p. 81–88, ago. 2009.

BAN, S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. **Japanese Dental Science Review**, v. 44, n. 1, p. 3–21, jul. 2008.

BARBOSA, T. P. *et al.* Topography and surface energy of dental implants: a methodological approach. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, v. 39, p. 1895–1907, 2017.

BESSER. Disponível em: https://www.besserdigital.com.br/forno-de-sinterizacao-mv-r-7204000100-mihmvogt Acesso em: 8 jan. 2024.

BITENCOURT, S. et al. Effect of laser irradiation on bond strength between zirconia and resin cement or veneer ceramic: A systematic review and meta-analysis. **The Journal of Indian Prosthodontic Society**, v. 21, n. 2, p. 125, 2021.

BLATZ, M. B.; LANG, B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely sintered high- purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 91, n. 4, 2004.

BONIFACIO, Clarissa. **Estudo da resistência adesiva de cimentos de ionômero de vidro à dentina: microtração x microcisalhamento**. 2008. 105 f. Mestrado em Dentística - Universidade de São Paulo, 29 out. 2008.

BORGES, G. A. *et al.* Extrusion shear strength between an alumina-based ceramic and three different cements. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 98, n. 3, p. 208–215, set. 2007.

BRAGA, Roberto R. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. **Dental Materials**, v. 26, n. 2, p. e38-e49, 2010.

BRUHNKE, M. *et al.* Mechanical Properties of New Generations of Monolithic, Multi-Layered Zirconia. **Materials**, v. 16, n. 1, p. 276, 28 dez. 2022.

BRUZZONE, A. A. *et al.* Advances in engineered surfaces for functional performance. **CIRP annals**, v. 57, n. 2, p. 750–769, 2008.

CAMPOSILVAN, E. *et al.* Aging resistance, mechanical properties, and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. **Dental Materials**, v. 34, n. 6, p. 879–890, jun. 2018.

CANVA. Disponível em: https://www.canva.com/design/DAGCatKJ0Iw/AgHQouoqlWptQ9l2f9OmoQ/edit Acesso 15 abril 2024.

CARVALHO, Brenda. **Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência adesiva e características superficiais da zircônia**. 2021. 156 f. Mestrado em Reabilitação Oral - Ribeirão Preto: Universidade de São Paulo, 20 jul. 2021.

CAVALCANTI, A. N. *et al.* Y-TZP Ceramics: Key Concepts for Clinical Application. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 3, p. 344–351, 1 maio 2009.

CESAR, P. F. *et al.* Recent advances in dental zirconia: 15 years of material and processing evolution. **Dental Materials**, mar. 2024.

CHAI, J.; CHU, F. C. S.; CHOW, T. W. Effect of Surface Treatment on Shear Bond Strength of Zirconia to Human Dentin: Bond Strength between Zirconia-Based Ceramics and Dentin. **Journal of Prosthodontics**, v. 20, n. 3, p. 173–179, abr. 2011.

CHEVALIER, J. *et al.* The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 92, n. 9, p. 1901–1920, set. 2009.

DARVELL, B. W.; MURRAY, M. D.; LADIZESKY, N. H. Contact angles: a note. **Journal of Dentistry**, v. 15, n. 2, p. 82-84, 1987.

DEAR, F. C. *et al.* Pulsed Laser Micromachining of Yttria-Stabilized Zirconia Dental Ceramic for Manufacturing. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 5, n. 2, p. 188–197, mar. 2008.

ELSAKA, S. E. Optical and Mechanical Properties of Newly Developed Monolithic Multilayer Zirconia. **Journal of Prosthodontics**, v. 28, n. 1, jan. 2019.

ESTEVES-OLIVEIRA, M. *et al.* Surface Characterization and Short-term Adhesion to Zirconia after Ultra-short Pulsed Laser Irradiation. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 18, n. 6, p. 483–492, 3 jan. 2017.

FAN-CHIANG, Y.-S. et al. Optimizing Dental Bond Strength: Insights from Comprehensive Literature Review and Future Implications for Clinical Practice. **Biomedicines**, v. 11, n. 11, p. 2995, 8 nov. 2023.

FARHAT, Igor. **Modificação de superfícies de zircônia empregada a restaurações sem metais**. 2013. 76 f. Mestrado em Química - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Araraquara, 2013.

FORNAINI, C. et al. Nanosecond pulsed fiber laser irradiation for enhanced zirconia crown adhesion: Morphological, chemical, thermal and mechanical analysis. **Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology**, v. 219, p. 112189, jun. 2021.

GARCIA FONSECA, R. *et al.* Effect of particle size on the flexural strength and phase transformation of an airborne-particle abraded yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 110, n. 6, p. 510–514, dez. 2013.

GARFIAS, C. S. Dissolution Depth and Surface Morphological Alterations in Ultrathin Glass Ceramic Etched with Different Hydrofluoric Acid-etching Protocols. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 23, n. 6, 2021.

GARVIE, R.C.; HANNINK, H. R.; PASCOE, R. T. Ceramic steel? **Nature**, 1975; 258 (5537): p. 703–4.

GUARINO, S. *et al.* Laser milling of yttria-stabilized zirconia by using a Q-switched Yb: YAG fiber laser: experimental analysis. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 94, n. 1–4, p. 1373–1385, jan. 2018.

GÜTH, J. F. *et al.* Zirconia and its novel compositions: What do clinicians need to know? **Quintessence International**, v. 50, n. 7, p. 512–520, 14 jun. 2019.

HALLMANN, L. *et al.* Effect of surface modifications on the bond strength of zirconia ceramic with resin cement resin. **Dental Materials**, v. 32, n. 5, p. 631–639, maio 2016.

HAN, J. *et al.* Laser surface texturing of zirconia-based ceramics for dental applications: A review. **Materials Science and Engineering: C**, v. 123, p. 112034, abr. 2021.

HANNINK, R. H. J.; KELLY, P. M.; MUDDLE, B. C. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 83, n. 3, p. 461–487, mar. 2000.

HARADA, K. *et al.* A comparative evaluation of the translucency of zirconias and lithium disilicate for monolithic restorations. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 116, n. 2, 2016.

KANG, C.-M.; PENG, T.-Y.; SHIMOE, S. Color accuracy of different types of monolithic multilayer precolored zirconia ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 124, n. 6, p. 789.e1-789.e7, dez. 2020.

KARTHIGEYAN, S. *et al.* Surface modification techniques for zirconia-based bioceramics: A review. **Journal of Pharmacy and Bioallied Sciences**, v. 11, n. 6, p. 131, 2019.

KELCH, M. *et al.* Impact of different pretreatments and aging procedures on the flexural strength and phase structure of zirconia ceramics. **Dental Materials**, v. 35, n. 10, p. 1439–1449, out. 2019.

KERN, M. Controlled airborne-particle abrasion of zirconia ceramic restorations. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 103, n. 2, p. 127–128, fev. 2010.

KOLAKARNPRASERT, N. *et al.* New multi-layered zirconias: Composition, microstructure, and translucency. **Dental Materials**, v. 35, n. 5, p. 797–806, maio 2019.

KOODARYAN, R.; HAFEZEQORAN, A.; POURSOLTAN, S. Effect of dentin surface roughness on the shear bond strength of resin bonded restorations. **The Journal of Advanced Prosthodontics**, v. 8, n. 3, p. 224, 2016.

KREVE, S.; CÂNDIDO DOS REIS, A. Zircônia na odontologia: mini-revisão. **Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre**, v. 62, n. 1, p. 82–89, 9 ago. 2021.

KUMAR, R. et al. Effect of Surface Treatment of Zirconia on the Shear Bond Strength of Resin Cement: A Systematic Review and Meta-Analysis. **Cureus**, v. 15, n. 9, p. e45045, set. 2023.

LABOBRAPRIMA. Disponível em: https://www.labobraprima.com.br/tecnologias/ Acesso em 8 jan. 2024.

LE, M.; LARSSON, C.; PAPIA, E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. **Dental Materials Journal**, v. 38, n. 3, p. 480–489, 29 maio 2019.

LEITÃO, C. I. M. B. *et al.* Clinical performance of monolithic CAD/CAM tooth-supported zirconia restorations: systematic review and meta-analysis. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 66, n. 3, p. 374–384, 2022.

LEONE, C. *et al.* Experimental investigation on laser milling of aluminium oxide using a 30W Q-switched Yb: YAG fiber laser. **Optics & Laser Technology**, v. 76, p. 127–137, jan. 2016.

LOPES, G. R. S. et al. Adhesion between zirconia and resin cement: A critical evaluation of testing methodologies. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 120, p. 104547, ago. 2021.

LÜHRS, A.-K. Guhr S, Gunay H, Geurtsen W. Shear bond strength of self-adhesive resins compared to resin cements with etch and rinse adhesives to enamel and dentin in vitro. **Clinical Oral Investigations**, v. 14, p. 193–199, 2010.

LUSSI, A. *et al.* Dental Erosion. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 3, p. 251–262, 1 maio 2009.

MAEDA, Fernando. **Avaliação da influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre zircônia Y-TZP e cimento resinoso**. 2012. 69 f. Tese de Doutorado em Materiais Dentários - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

MAEDER, M. *et al.* Load-bearing capacities of ultra-thin occlusal veneers bonded to dentin. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 95, p. 165–171, jul. 2019.

MALHEIROS, A. S.; FIALHO, F. P.; TAVAREZ, R. R. J. Cerâmicas ácido resistentes: a busca por cimentação resinosa adesiva. **Cerâmica**, v. 59, n. 349, p. 124–128, mar. 2013.

MALKONDU, Ö. *et al.* An overview of monolithic zirconia in dentistry. **Biotechnology & Biotechnological Equipment**, v. 30, n. 4, p. 644–652, 3 jul. 2016.

MARTINS, J. P. *et al.* Efeito do condicionamento de superfície na rugosidade, molhabilidade e fase da zircónia. **Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial**, v. 55, p. e20, 2014.

MENANI, L. R. *et al.* Effect of surface treatment on the bond strength between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 112, n. 2, p. 357–364, ago. 2014.

MOHIT, K. *et al.* Effects of surface modification techniques on zirconia substrates and their effect on bonding to dual cure resin cement - An in- vitro study. **The Journal of Indian Prosthodontic Society**, v. 22, n. 2, p. 179, 2022.

MORADABADI, A. *et al.* Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. **Materials Science and Engineering: C**, v. 34, p. 311–317, jan. 2014.

MOREIRA, A. *et al.* Aesthetic Rehabilitation of a Patient with Bruxism Using Ceramic Veneers and Overlays Combined with Four-Point Monolithic Zirconia Crowns for Occlusal Stabilization: A 4-Year Follow-Up. **Case Reports in Dentistry**, v. 2019, p. 1–7, 20 ago. 2019.

MOSHARRAF, Ramin et al. Influence of surface modification techniques on shear bond strength between different zirconia cores and veneering ceramics. **The journal of advanced prosthodontics**, v. 3, n. 4, p. 221, 2011.

MUMMERY, L. **Surface texture analysis: the handbook**. [s.l.] Hommelwerke GmbH West Germany, 1992.

MUTLUAY UNAL, S. *et al.* The Effect of Ytterbium-Doped Fiber Laser with Different Parameters on Physical Properties of Zirconia Surface. **Photomedicine and Laser Surgery**, v. 35, n. 3, p. 157–163, mar. 2017.

NAGAOKA, N. et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. **Scientific Reports**, v. 7, n. 1, p. 45563, 30 mar. 2017.

PERDIGÃO, J. et al. Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 33, n. 1, p. 51–68, jan. 2021.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, n. 1, p. 1–25, jan. 1999.

ÖZCAN, M.; DÜNDAR, M.; ERHAN ÇÖMLEKOĞLU, M. Adhesion concepts in dentistry: tooth and material aspects. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 26, n. 24, p. 2661–2681, 1 dez. 2012.

QIANG, Z. E. N. G. *et al*. Effect of Al_2O_3 sandblasting on the bond strength between 3mol% yttrium-stabilized tetragonal zirconium polycrystal zirconia framework and veneering porcelain. **Hua xi kou Qiang yi xue za zhi= Huaxi Kouqiang Yixue Zazhi= West China Journal of Stomatology**, v. 33, n. 6, p. 638-641, 2015.

QUIGLEY, N. P. *et al.* Clinical efficacy of methods for bonding to zirconia: A systematic review. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 125, n. 2, p. 231–240, fev. 2021

SAMRAN, A. *et al.* Bond strength durability of self-adhesive resin cements to zirconia ceramic: An in vitro study. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 121, n. 3, p. 477–484, mar. 2019.

SCAMINACI RUSSO, D. *et al.* Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. **Dentistry Journal**, v. 7, n. 3, p. 74, 1 ago. 2019.

SHIMAOKA, A. M. **Influência da delimitação da área adesiva no ensaio mecânico de microcisalhamento**. Mestrado em Dentística—São Paulo: Universidade de São Paulo, 26 jun. 2007. 73 f.

SHIMAOKA, A. M.; ANDRADE, A. P.; CARVALHO, R. C. R. Influência da delimitação de área em estudos laboratoriais para mensuração de resistência adesiva. **RPG rev. pos-grad**, p. 174–178, 2007.

SHIRANI, M. *et al.* Comparison of translucency and opalescence among different dental monolithic ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 126, n. 3, p. 446.e1-446.e6, set. 2021.

SILVA, L. H. D. *et al.* Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. **Brazilian Oral Research**, v. 31, n. suppl 1, 28 ago. 2017.

SISTI, Karin E. *et al.* Implantes nanotopograficamente modificados pela ação do laser Yb-YAG. **ImplantNews**, p. 185-189, 2011.

SIRISHA, Kantheti et al. Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. **Journal of Conservative Dentistry and Endodontics**, v. 17, n. 5, p. 420-426, 2014.

SUBAŞI, M. G.; İNAN, Ö. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. **Lasers Medical Science**, v. 27, n. 4, p. 735-742, 2012.

TALMAX. Disponível em: https://talmax.com.br/wp-content/uploads/2021/09/folder-zircon-fit-plus.pdf Acesso em 7 maio 2024.

THOMPSON, J. Y. *et al.* Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? **Dental Materials**, v. 27, n. 1, p. 71–82, jan. 2011.

TOSTES, B. O. et al. Characterization of Conventional and High-Translucency Y-TZP Dental Ceramics Submitted to Air Abrasion. **Brazilian Dental Journal**, v. 28, n. 1, p. 97–104, fev. 2017.

TUNCEL, I.; TURP, I.; USUMEZ, A. Bond strength of short-pulsed laser-irradiated zirconia to veneer ceramic. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 29, n. 12, p. 1190–1199, 18 jun. 2015.

TURP, V. *et al.* Evaluation of Surface Topography of Zirconia Ceramic After Er: YAG Laser Etching. **Photomedicine and Laser Surgery**, v. 32, n. 10, p. 533–539, out. 2014.

URAL, Ç. *et al.* The Effect of Laser Treatment on Bonding Between Zirconia Ceramic Surface and Resin Cement. **Acta Odontologica Scandinavica**, v. 68, n. 6, p. 354–359, nov. 2010.

VAGKOPOULOU, T. *et al.* Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the Nature of an Upcoming Bioceramic. **CLINICAL RESEARCH**, v. 4, n. 2, 2009.

VAN MEERBEEK, Bart et al. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **OPERATIVE DENTISTRY-UNIVERSITY OF WASHINGTON-**, v. 28, n. 3, p. 215-235, 2003.

WHYMAN, Gene; BORMASHENKO, Edward; STEIN, Tamir. The rigorous derivation of Young, Cassie–Baxter and Wenzel equations and the analysis of the contact angle hysteresis phenomenon. **Chemical Physics Letters**, v. 450, n. 4-6, p. 355-359, 2008.

WONGSUE, S. et al. Effect of surface topography and wettability on shear bond strength of Y-TZP ceramic. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, p. 18249, 25 out. 2023.

YU, Y. *et al.* Effect of zirconia surface modification using dopamine polymerisation on the shear bond strength of resin cement. **European Journal of Oral Sciences**, v. 129, n. 4, p. e12797, ago. 2021.

YUAN, Y.; LEE, T. R. Contact angle and wetting properties. Em: **Surface science techniques**. [s.l.] Springer, 2013. p. 3–34.

ZHANG, H. *et al.* Comparison of Fracture Load and Surface Wear of Microhybrid Composite and Ceramic Occlusal Veneers. **Journal of Prosthodontics**, v. 29, n. 5, p. 387–393, jun. 2020.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R. Novel Zirconia Materials in Dentistry. **Journal of Dental Research**, v. 97, n. 2, p. 140–147, fev. 2018.

ZIRKONZAHN. Disponível em: https://www.medicalexpo.com/pt/prod/zirkonzahn/product-74646-680943.html Acesso em: 8 jan. 2024.