

ALECSANDRO DE MOURA SILVA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE EM UMA CERÂMICA POLICRISTALINA DE
ZIRCÔNIA TETRAGONAL (YTZP), NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO COM CIMENTO RESINOSO**



ALECSANDRO DE MOURA SILVA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE EM UMA CERÂMICA POLICRISTALINA DE
ZIRCÔNIA TETRAGONAL (YTZP), NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO COM CIMENTO RESINOSO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Lafayette Nogueira Jr

Co-orientador: Prof. Adj. Marcos Massi

São José dos Campos

2012

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para
Normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos
Campos: FOSJC/UNESP; 2010.

S38i Silva, Alecsandro de Moura

Influência de diferentes tratamentos de superfície em uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal (ytzp), na resistência de união com cimento resinoso / Alecsandro de Moura Silva. - São José dos Campos : [s.n.], 2012.
116.f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 2012.

Orientador: Prof. Dr. Lafayette Nogueira Júnior

Co-orientador: Prof Dr. Marcos Massi.

1. Cimentação adesiva. 2. Filme PECVD. 3. Zircônia. I. Nogueira Júnior, Lafayette. II. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista. III. Universidade Estadual Paulista "Julio de Mesquita Filho". IV. UNESP – Univ Estadual Paulista. V. Título

tD15

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 5 de Novembro de 2012 .

Assinatura :

E-mail: alecsms@yahoo.com.br

Banca Examinadora

Prof. Adj. Lafayette Nogueira Jr. (Orientador)

Faculdade de Odontologia do Câmpus de São José dos Campos

UNESP- Univ. Estadual Paulista

Prof. Dr. Eduardo Shigueyuki Uemura

Faculdade de Odontologia do Câmpus de São José dos Campos

UNESP- Univ Estadual Paulista

Prof. Dr. Rubens Guimarães Filho

Faculdade de Odontologia da

Universidade de Taubaté – UNITAU.

São José dos Campos 31 de Julho de 2012

DEDICATÓRIA

A **Deus**, pelo presente da vida, por nunca me abandonar e sempre colocar pessoas iluminadas em meu caminho, por sempre estar presente em minhas escolhas, por me passar segurança em todos meus momentos de dificuldade e provações... Obrigado por me ceder mais este momento nesta vida.

Ao meu filho **Felipe de Moura Tayar**, fonte inesgotável de FELICIDADE, você é minha maior fonte de energia o que faz tudo ter sentido na minha vida agradeço a Deus todos os dias por ser seu pai ***“TE AMO MEU FILHO”***

Aos meus desconhecidos pais, **Celina Alves de Moura e Antonio Luiz da Silva Neto**, eu gostaria muito que vocês tivessem participado da minha vida e soubessem das realizações de seu filho mesmo assim dedico este trabalho a vocês, mais uma etapa de minha formação... E dizer para vocês que eu seria um ótimo filho.

Ao Colégio **Interno Estadual “Urias Ferreira”**, onde me acolheu quando criança até adolescência, pela formação da minha educação por proporcionar conhecer amigos que jamais serão esquecidos aos professores que sempre foram mais do que educadores

e sim uma grande família obrigado pela referências que nortearam minha vida.

Ao senhor **Pilson Gaion**, “*In Memoriam*”, pessoa extraordinária que mesmo sem saber me deu exemplos de caráter e honestidade um exemplo de trabalho e dedicação. Obrigado pelo carinho dedicado a mim mesmo não tendo seu sangue.

A meus “IRMÃOS”, **Alex Kulicz, Maristela Marrone Kulicks e Andre Kulicz, Elimara Marrone e Luciane Marrone**, obrigado por nunca me esquecerem por todos estes anos a dedicação de uma amizade verdadeira e sem contestação. Obrigado pela “carta”... Um gesto que não tem preço...

Ao Professor Titular **Marco Antonio Bottino**, primeiramente pela oportunidade de conhecê-lo e apostar em mim sua confiança para estar entre seus alunos. Professor Bottino, um exemplo a ser seguido, um profissional bem sucedido que teve sua vida dedicada a Odontologia... Obrigado por tudo.

A Sra. **Lúcia Bottino**, apesar de poucos momentos de convivência entre nós alunos da Pós Graduação, mas não menos importantes, estes sempre alegres e com sorriso no rosto uma pessoa cativante. Obrigado por suas palavras de incentivo e orientações não só quanto a Pós Graduação, mas como sua visão da vida...

Ao Professor **Dr. Rubens Guimarães Filho**, pelos ensinamentos por sua história de superação. Você é responsável pelo meu desenvolvimento dentro da Cirurgia Buco Maxilo Facial, pelo acolhimento da minha pessoa por sua amizade. Sem você este momento não seria viável... Obrigado (“Rubão” você é o cara!).

Aos Professores **Nelson Macedo, Lafayette Nogueira Jr, Luis Guilherme Macedo e Marco Antonio Bottino**, por confiar na minha capacidade “clínica” para conduzir a Disciplina de Implantodontia junto aos alunos da Graduação e Pós Graduação e pela amizade que foi construída no decorrer do curso. Uma experiência jamais será esquecida... Obrigado!

Ao Prof. Dr. **Rodrigo Maximo Araujo**, pela prestabilidade por se preocupar com o desenvolvimento de seus alunos e colegas, sempre a disposição para ajudar. Considero-te um grande amigo obrigado por tudo!!!

Ao meu grande amigo Dr. **José Renato Cavalcanti de Queiroz**, pelo companheirismo, amizade e incentivo. Um exemplo de determinação e garra uma fonte inesgotável de ideias sem palavras para te agradecer valeu!!!.

Ao Professor ***Dr. Fernando Heid Takahashi***, é admirável como profissional e uma pessoa “impar”, no tratamento interpessoal seja com os pacientes ou alunos um ícone, quando se trata de ensino clínico e formação acadêmica, tenho imenso orgulho de ser seu aluno.. Obrigado “*TAKA*”

Aos colegas do curso de Implantodontia da UNITAU, Sérgio, Luis Marcelo, Ermelinda, Rodrigo Mendrot, pela amizade, companheirismo e comprometimento de todos estes anos.

MINHA ETERNA GRATIDÃO...

Ao meu orientador Professor Adjunto **Lafayette Nogueira Junior**, pelas orientações e atenção dispensadas durante o curso. Obrigado pelas oportunidades de aprimorar meus conhecimentos clínicos e científicos durante este caminho.

Ao Professor Titular **Marco Antonio Bottino**, pela oportunidade, exemplo de profissional, extremamente preocupado com aprimoramento do ensino de pós-graduação nesta instituição. Pela dedicação à pesquisa, apoio e amizade no transcorrer do curso.

Ao Professor Adj. **Marcos Massi, Argemiro Soares da Silva Sobrinho**, pela oportunidade de trabalho nos laboratórios do ITA, pela sua dedicação e atenção durante o desenvolvimento das pesquisas.

Ao Professor Dr. **Alexandre Luiz Souto Borges**, pela **amizade** e oportunidade de frequentar o laboratório de elemento finito seus conhecimentos são muito importantes para nós.

Aos meus grandes amigos **Pedro Henrique Corazza, Humberto Lago de Castro, Gabriel Portela Paulo, Anderson Castilho, Cesar Bergoli, José Renato Cavalcanti de Queiroz**, pelo companheirismo, palavras de apoio e bons momentos partilhados durante o curso e fora dele.

As minhas grandes amigas de Pós Graduação **Fernanda Papaiz**, pela ajuda sem igual para realização das ciclagens térmicas sem este não seria possível concluir este trabalho. **Sabrina Feitosa e Fernanda Campos, Marília Rippe, Julia Magalhães Costa Lima** por auxiliarem na utilização da maquina de ensaio universal. Obrigado!!

As Doutoradas e amigas da Pós Graduação. **Suzana Salazar Marocho, Regina Amaral, Marina Amaral, Liliana May, Vanessa Cruz Macedo, Ana Carolina Souza, Ana Karina F Costa, Paula Benetti, Marília Rippe, Mayra Cardoso, Julia Magalhães Costa Lima, Lilian Anami, Carolina Martinelli, Sâmia Carolina Mota Cavalcanti, Sabrina Feitosa, Priscila Cristoforides, Anelise Arata, Fernanda Campos, Caroline Cotes, Fernanda Papaiz, Vivian Mayumi, Elen Guerra, Aleska Dias Vanderlei, Sheila Pestana**, pela boa convivência e prestabilidade no decorrer do curso.

Aos funcionários e amigos do ITA e Pós-graduação/UNESP e aos colegas de profissão, que dividiram conhecimento e momentos de tristezas e alegrias.

Ao **Laboratório de Plasma - ITA**, na pessoa de Marco Rodrigues Antonio; ao **Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE**, nas pessoas de Lúcia Vieira e Polyana Alves Radi; ao **Instituto Tecnológico de Aeronáutica**, nas pessoas de Diego Duarte, Guilherme Cardoso, Polyana, Fabiano, Mauro Santos, e Sarah Fissmer. Obrigado pelo apoio que foi dado para realização desta tese.

As secretarias da seção de Pós Graduação, **Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Elena Michie Hasegawa**, pelas informações e atenção prestadas.

Ao grande **Marcos Vestali**, responsável pelo **Laboratório de Ensaaios Mecânicos e Materiais Dentários** onde realizamos boa parte de todas as nossas pesquisas você foi uma pessoa fundamental não só para mim. Mas também a todos os alunos da Pós Graduação em Prótese Dentária desta casa, com sua disposição cativante e sempre de bom humor mesmo nos momentos difíceis, isto para nós não tem valor obrigado (Marcão).

Ao técnico de Laboratório de Prótese Dentaria **Fernando Fontes**, pela ajuda e atenção doada ao longo curso que você continue sendo esta pessoa prestativa e cativante como sempre obrigado.

A secretária Eliane, do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese** pela atenção e palavras de apoio.

Aos *Funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese* pela ajuda na execução de todas as tarefas.

Aos meus *Pacientes*, no qual depositaram em mim a sua confiança para realizar o seu tratamento possibilitando o meu aprendizado.

A *CAPES* pelo apoio no curso de Pós- Graduação.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	13
LISTA DE QUADROS E TABELAS.....	17
LISTA DE ABREVIATURA.....	19
RESUMO	21
ABSTRACT.....	23
1 INTRODUÇÃO.....	25
2 REVISÃO DA LITERATURA	30
2.1 Resistência adesiva.....	30
2.2 Molhabilidade.....	38
2.3 Interface adesiva.....	40
2.4 Métodos de Deposição.....	43
3 PROPOSIÇÃO.....	46
4. MATERIAIS E MÉTODO	47
4.1 Material.....	47
4.2 Método.....	47
4.2.1 Confecção das amostras.....	47
4.2.2 Inclusão das amostras.....	49
4.2.3 Tratamentos de superfície das amostras.....	50
4.2.3.1 Jateamento com óxido de alumínio.....	51
4.2.3.2 Deposição do filme a base de HMDSO.....	52
4.2.4.3 Rugosidade da superfície.....	54

4.2.5 Ângulo de contato	55
4.2.6 Aplicação do agente de união	55
4.2.7 Cimentação adesiva.....	56
4.3.0 Ensaio de resistência ao cisalhamento.....	59
5 RESULTADOS	61
5.1 Análise Estatística.....	61
5.2 Resultados para rugosidade.....	64
5.3 Resultados ângulo de contato.....	65
5.4 Resultados de análise de perfilometria óptica.....	69
5.5 Análise química EDS e Microscopia Eletrônica de Varredura	72
6 DISCUSSÃO.....	77
6.1 Fator cimento resinoso.....	81
6.2 Fator tratamento de superfície.....	85
7 CONCLUSÃO.....	95
8 REFERÊNCIAS.....	97

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática do ângulo de contato e das energias atuantes entre as interfaces.....	39
Figura 2 - Alvo fixado no interior do reator.....	44
Figura 3 Bloco cerâmico YTZP (Dentsply Degudent, Hanau, Alemanha).....	48
Figura 4 - a) Matriz de alumínio de adição para inclusão das amostras, contendo um compartimento circular; b) amostra incluídas em resina acrílica.....	50
Figura 5- Dispositivo de jateamento para utilização do sistema Rocatec e Al_2O_3	52
Figura 6 – Visor do Reator de plasma (PECVD) utilizado Laboratório de Plasma.....	52
Figura 7- Reator de plasma (PECVD) utilizado Laboratório de Plasma.....	53
Figura: 8 - Rugosímetro de contato SJ 400 (Mitutoyo-Japão)....	54
Figura. 9 - Cilindro de polietileno na dimensão 4 mm x 2,3mm.	57
Figura. 10- Detalhe da mensuração da matriz de polietileno com paquímetro digital.....	57
Figura.11 –Incremento de cimento resinoso depositado na superfície de cerâmica tratada.....	58

Figura 12 - Material para cimentação.....	59
Figura 13 - Dispositivo para cisalhamento.....	60
Figura14 - Imagens produzidas através do aparelho goniômetro com gotas de densidades diferentes (H ₂ O e DICH ₄), sobre o substrato cerâmico após diferentes tratamentos de superfície e recobertos com filme: a e b) cerâmica polida;c e d) cerâmica jateada Rocatec; e e f) cerâmica jateada AL ₂ O ₃ com filme.....	67
Figura 15 - Imagens produzidas através do aparelho goniômetro com gotas de densidades diferentes (H ₂ O e DICH ₄), sobre o substrato cerâmico após diferentes tratamentos de superfície sem o recobertos com filme: a e b) cerâmica polida;c e d) cerâmica jateada Rocatec; e e f) cerâmica jateada AL ₂ O ₃	69
Figura 16- Lâmina de silício para mensuração da espessura do filme (3.20µm) na desposição AL ₂ O ₃	69
Figura 17- Espessura filme na deposição jateado Rocatec (2,88µm).....	70
Figura 18. Topografia em 3D, da amostra polida com filme e dados de rugosidade.....	70
Figura 19- Topografia da amostra com filme jateada Rocatec e dados de rugosidade.....	70

Figura 20- Topografia da amostra Jateada com óxido de alumínio sem filme e dados de rugosidade.....	71
Figura 21- Topografia da amostra Jateada com Rocatec sem filme e dados de rugosidade.....	71
Figura 22 - Evidencia da presença de carbono silício alumínio oxigênio e a base substrato de zircônia polida com filme (HDMSO).....	72
Figura. 23- Aspecto topográfico do substrato zircônia polido com filme aspecto mais liso em comparação aos demais tratamentos.....	72
Figura 24- Análise química em superfície tratada com Rocatec recoberta com filme (HDMSO).....	73
Figura 25- Aspecto topográfico do substrato zircônia jateada com Rocatec com filme aspecto mais rugoso em comparação ao grupo polido.....	73
Figura 26- Análise química em superfície tratada com óxido de alumínio recoberta com filme (HDMSO).....	74
Figura 27- Aspecto topográfico do substrato zircônia jateado óxido alumínio com filme aspecto da rugosidade promovida...	74
Figura 28- Aspecto topográfico do substrato zircônia amostra polida sem filme.....	75
Figura 29- Aspecto topográfico do substrato zircônia jateado óxido alumínio sem filme aspecto da rugosidade promovida.	75

Figura 30 - Aspecto topográfico do substrato zircônia jateado comm Rocatec sem filme aspecto da rugosidade promovida.....	76
Figura 31- Amostra de um corpo de prova após teste de cisalhamento observar a boa aderência (seta), manutenção do filme sobre o substrato de zircônia.....	76

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Marca comercial, tipo do material, composição química, fabricante e número de série dos produtos utilizados.....	49
Quadro 2. Os parâmetros utilizados para realização das deposições são descritos na tabela abaixo.....	54
Tabela 1 - Média dos valores de resistência adesiva (MPa) e desvio padrão (DP) após o ensaio de cisalhamento para os diferentes grupos.....	64
Tabela 2 - Resultados da análise de variância (Anova 2-fatores) para resistência adesiva ao cisalhamento.....	65
Tabela 3 - Comparação dos valores médios de resistência ao cisalhamento (Mpa) para os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$).....	66
Tabela 4 - Medias dos parâmetros de rugosidade Ra e Rz.....	67
Tabela 5 - Valores de ângulo de contato com solução de água pelo teste Anova 2 atores.....	69
Tabela 6 - Comparação dos valores médios de goniometria para os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey;	68

$p < 0,05$).....

Tabela 7 - Comparação dos valores médios de goniometria para solução diodo metano e os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$)..... 68

Tabela 8 - Teste Tukey ($p < 0,005$), Mostrando a comparação dos valores médios de goniometria para solução diodo metano e os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias..... 69

Tabela 9 - Comparação dos valores médios de goniometria para solução diodo metano e os diferentes grupos.com filme e sem filme marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$)..... 69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ATZ	= Zircônia estabilizada por alumina
° C	= Graus Celsius
C	= Cúbica
CAD	= <i>Computer Aided Desing</i> - Projeto Assistido por Computador
CAM	= <i>Computer Aided Manufacturing- Fabricação Assistida por Computador</i>
Cm ³	= Centímetro cúbico
G	= Grama
GPa	= Gigapascal
He	= Hélio
Hz	= Hertz
HV	= Dureza vickers (<i>Hardness Vickers</i>)
IO	= Interferometria óptica
K	= Kelvin
Kg	= Quilo
kJ	= Quilojoule
kPa	= Quilopascal
µm	= Micrômetros
Min	= Minuto
MAJ	= Equação de Mehl–Avrami–Johnson
MEV	= Microscopia eletrônica de varredura
MFA	= Microscopia por força atômica
Mg- PSZ	= Zircônia parcialmente estabilizada por magnésia
mm	= Milímetro
MPa	= Megapascal
N	= Newton
t-m	= Tetragonal para monoclinica
Y-TZP	= Zircônia tetragonal estabilizada por ítria
M1	= massa do íon incidente
M2	= massa do átomo do alvo
E	= energia cinética do íon incidente

U0	= energia de ligação do átomo á superfície
Z	= número atômico dos átomos envolvidos
Y(E)	= rendimento do <i>sputtering</i> (átamo/íon)
CVD	Chemical Vapor Deposition
PECVD	Plasma Enhanced Vapor Deposition

Silva M A. Influência de diferentes tratamentos de superfície em uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal (YTZP), na resistência de união com cimento resinoso [dissertação] São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2012.

RESUMO

Este estudo avaliou, *in vitro*, a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre uma cerâmica de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) e um cimento resinoso. Amostras com tamanho mínimo de (1,5 X 1,5cm) uma cerâmica de Y-TZP foram confeccionados e sintetizados, de acordo com as recomendações do fabricante, e limpos sonicamente em água destilada por 10 min. De acordo com os fatores “tratamento de superfície” e “presença de filme à base de Si”, os blocos foram aleatoriamente divididos em 6 grupos: G1) polido; G2) polido revestido com filme; G3) jateamento com partículas (110µm) de alumina revestida por sílica; G4) jateamento com partículas (110 µm) de alumina revestida por sílica revestido com filme; G5) jateamento com partículas (100µm) de alumina; G6) jateamento com partículas de alumina. Os filmes foram crescidos sobre a superfície cerâmica pelo

método químico de deposição a plasma utilizando o hexamethylsiloxano em forma de vapor. Cilindros (cilindros Ø: 2,4 mm; 4 mm altura) de um cimento resinoso (Rely X U100/3M ESPE) foram confeccionados sobre a superfície da cerâmica após o tratamento de superfície (n=10). As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaio Universal (EMIC) a velocidade de 1 mm/min. utilizando célula de carga de 50Kgf. Os dados obtidos foram submetidos ao teste ANOVA dois fatores e ao teste Tukey com variância aceitável de 0,05%. Resultados: O estudo revelou que o filme interferiu negativamente nos resultados de resistência adesiva para a superfície jateada com óxido de alumínio e não interferiu nos resultados dos demais tratamentos de superfície Conclusão: O tratamento de superfície, com filme de plasma contendo hexamethylsiloxano em forma de vapor (HMDSO), não produziu melhores valores de resistência adesiva pelo método de cisalhamento tipo faca quando comparado ao padrão ouro de jateamento com sistema Rocatec (3M/ESPE).

Palavras-Chave: Cimentação adesiva, Filme PECVD, Zircônia.

Silva M A. Influence of different surface treatments in polycrystalline tetragonal zirconia ceramic (YTZP) in bond strength with resin cement [dissertation] São José dos Campos, Faculty of Dentistry of São José dos Campos, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2012.

ABSTRACT

This in vitro study evaluated the influence of different surface treatments on shear bond strength between a polycrystalline ceramic tetragonal zirconia stabilized with yttria (Y-TZP) and a resin cement. Minimum number of blocks (1.5 X 1.5 cm) of a ceramic Y-TZP were prepared and synthesized according to the manufacturer's recommendations, and sonically cleaned in distilled water for 10 min. According to the factors "surface treatment" and "presence of Si-based film", the blocks were randomly divided into six groups: G1) polished; G2) polished film-coated, G3) blasting particles (110 μ m) of alumina coated silica; G4) blasting particles (110 mM) of alumina-coated silica-coated film; G5) blasting particles (100 μ m) of alumina and G6) sandblasting with alumina particles. The films were grown on the ceramic surface by chemical method using plasma deposition hexamethylsiloxane in vapor form. Cylinders (2.4 mm x Ø 4 mm thick) of a cement (ESPE U100/3M Rely X) were prepared on the ceramic surface after the surface treatment (n = 10). The samples were submitted to shear bond strength in an universal testing machine (EMIC) at a speed of 1 mm / min. using a 50kgf load cell. The data were subjected to two-factor ANOVA and Tukey test with acceptable variance of 0.05%. Results: The study revealed that the film had a negative influence on bond strength to the surface blasted with aluminum oxide and did not interfere with the results of other surface treatments. Conclusion: The surface treatment with plasma containing hexamethylsiloxane film in vapor form (HMDSO) did not produce better bond strength values by the method of shear type knife when compared to gold standard system blasting Rocatec (3M/ESPE). The

thermal cycling diminished the bond strength values found in all treatments.

Keywords: Adhesive cementation, PECVD film, Zirconia.

1 INTRODUÇÃO

A Odontologia moderna apresenta as cerâmicas como uma alternativa de material restaurador com excelentes propriedades estéticas (coloração e translucidez), biológicas, mecânicas e funcionais, tendo sua indicação clínica consagrada por estudo clínico longitudinal (Van Noort, 1989). As cerâmicas podem se apresentar como de cobertura (maior concentração de fase amorfa) ou de infraestrutura (menor concentração ou ausência de fase amorfa). A concentração de fase vítrea está diretamente relacionada com as propriedades estéticas e mecânicas do material cerâmico (Della Bona, 2009).

Materiais cerâmicos que apresentem alta cristalinidade em sua microestrutura terão uma redução das propriedades estéticas, porém terão um aumento das propriedades mecânicas, sendo preferencialmente utilizadas para infraestrutura de próteses totalmente cerâmicas (Bottino et al., 2009; Bottino et al., 2005). Entre as cerâmicas de infraestrutura das próteses fixas, o sistema a base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (Y-TZP), passíveis de usinagem, têm sido um dos mais estudados pelas

potencialidades de emprego clínico que ele apresenta (Della Bona, 2009). O emprego da cerâmica a base de zircônia de alta densidade cada vez é mais importante no meio odontológico em função de suas qualidades de excelente biocompatibilidade, alta resistência a fratura e ao desgaste (Chevalier al., 2006). Dentre as aplicabilidades destacam-se o uso como infraestrutura de reforço para cerâmicas feldspáticas, para fabricação de componentes protéticos de próteses sobre implantes, núcleos intra-radiculares cerâmicos (Kelly et al., 2008,).

Uma das suas principais vantagens são as propriedades de alta resistência à flexão e tenacidade a fratura, capacitando seu uso em qualquer região intra-bucal, como infraestrutura de próteses totalmente cerâmicas, inclusive na substituição de elementos perdidos (Fredeani, 2006). A capacidade de transformação de fase em sua estrutura cristalina, mediante estresse mecânico, de tetragonal para monoclinica, propiciando um aumento de 3-5% no volume, gera estresses compressivos que dificultam a propagação de trincas, postergando uma fratura catastrófica (Anusavise et al., 2003).

Dentre os fatores responsáveis por estas propriedades mecânicas apresentadas pelas cerâmicas à base de zircônia está a redução ou eliminação da fase vítrea de sua microestrutura. Tal característica confere a este material um aumento de sua estabilidade química, porém reduz a reatividade química de sua superfície. Assim, o tratamento convencional (condicionamento com ácido fluorídrico) para superfície de cerâmicas vítreas utilizado nos protocolos para cimentação de restaurações feldspáticas são incapazes de promover alterações químicas e físicas na superfície da Y-TZP a fim de

promover uma melhor união aos cimentos odontológicos (Ozcan et al., 2008; Vallittu et al., 2003; Luthardt et al., 2002).

Diversos estudos científicos têm testado alternativas para melhorar as propriedades adesivas desta cerâmica, pesquisando o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união aos cimentos resinosos (Queiroz et al., 2012; Piascik et al., 2012; Nakamura et al., 2004).

Para uma adequada união entre cerâmicas ácido resistentes, (Blatz et al., 2004), Blatz, Sadam e Kern 2003, sugerem uma utilização de técnicas adesivas específicas para obtenção de uma adequada união adesiva. Estas técnicas incluem o jateamento com partículas micrométricas de alumina (Al_2O_3), ou de alumina revestida por sílica (silicatização) (Piwowarczyk et al., 2005, Atsu et al., 2006). Estudos mostram que a silicatização associada ao emprego de silano combinados ao uso de cimento resinoso com o monômero 10-metacrilóiloxidecil-dihidogênio fosfato (MDP) melhorou a resistência adesiva entre a zircônia Y-TZP e o cimento resinoso, mesmo após o envelhecimento desta interface pela termociclagem (Ozcan et al., 2002).

A utilização do sistema Cojet (3M/ESPE), que possui partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica com 30 μm , uma vez jateadas na superfície da cerâmica a base de zircônia promove a incrustação da sílica em sua superfície, favorecendo a união química com o agente silano. Este processo é conhecido como silicatização ou tribosilicatização sendo considerado atualmente como o padrão ouro

para cimentação em cerâmicas ácido-resistentes pela fácil aplicabilidade clínica associado aos bons resultados de resistência adesiva (Amaral et al., 2008; Ozcan et al., 2003).

Porém, outros trabalhos alertam para o efeito que o impacto das partículas jateadas na cerâmica Y-TZP, incorporando micro-trincas e defeitos na superfície tratada, transformando a zircônia tetragonal em monoclínica, comprometendo parcialmente sua resistência a testes de fadiga (Smith et al., 2011) .

Diversos autores se concentram em melhorar a adesão entre o cimento resinoso e substrato a base de cerâmica ácido resistentes, propondo tratamentos de superfície alternativos a fim de modificar a energia de superfície da cerâmica ou a textura por meio de rugosidade para aumentar a área adesiva ou ainda obtermos uma melhor microretenção mecânica (Smith et al., 2011; Shen et al, 2004; Taskonak et al., 2008; Tezvergil et al, 2003; Queiroz et al, 2012).

Desta forma, este trabalho analisou o efeito do crescimento de um nano filme à base de silício através do processo de deposição química a vapor (*Chemical Vapor Deposition* – CVD) nos resultados de resistência de união entre a cerâmica YTZP e um cimento resinoso contendo MDP.

O CVD consiste em uma alternativa promissora para deposição de nanofilmes através de precursores na fase gasosa ativada por plasma, (*Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition* - PECVD). O processo é seco, limpo, rápido e de fácil execução, além de proporcionar materiais uniformes, homogêneos, livres de defeitos e

com propriedades fortemente dependentes dos parâmetros de deposição (Liu et al., 2006).

De uma forma geral o processo de PECVD é simples de ser realizado e sem riscos para a saúde humana. É financeiramente viável considerando-se o consumo de energia elétrica e de compostos químicos e ecologicamente correto, uma vez que não há geração de resíduos nocivos para o meio ambiente (Fracassi et al., 2003).

Muito embora as técnicas de plasmas sejam à base da tecnologia de semicondutores por várias décadas, suas possibilidades ainda são pouco exploradas por outros segmentos da ciência. Neste trabalho, o objetivo. Foi depositar filmes mecanicamente estáveis e que promovesse ligações químicas do substrato à base de zircônia e cimento resinoso espera-se que a técnica promovesse melhores taxas de cisalhamento e com isso maior força adesiva frentes aos tratamentos já realizados através da técnica PECVD.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Resistências adesiva a zircônia

As peças protéticas reabilitadoras principalmente as livres de metal são adesivos dependentes, por isso dependem e muito da qualidade da cimentação adesiva (Valandro et al., 2007). Quando instalamos próteses totalmente cerâmicas o resultado final do trabalho pode ser melhorado com a utilização de uma cimentação adesiva. Portanto, alguns trabalhos apontam a importância do estudo desta etapa clínica a fim de elucidar melhor os mecanismos mais eficientes da adesão entre este substrato e cimentos resinosos (Bottino et al., 2009).

Blatz et al., 2003, em um trabalho de revisão bibliográfica descreveram a importância da cimentação e a indicação do tratamento da superfície para união adesiva entre cimento resinoso e cerâmica, o jateamento à base de sílica está bem documentado através de numerosas investigações (*in vitro*). Os métodos de tratamento de superfície preferidos para as cerâmicas feldspáticas são o condicionamento ácido com soluções de ácido hidrofúorídrico (HF), (2,5% a 10% por 2 a 3 min) e posterior aplicação de um agente de união do tipo silano, (Della Bona et al., 2009; Amaral et al., 2008).

Já para as próteses que utilizam cerâmicas ácido-resistentes como material de infraestrutura, a cimentação adesiva pode não ser necessária para a sua inserção final desde que tenha a retenção mecânica friccional fornecida pelas inclinações das paredes do preparo dentário. Assim, podemos optar nestes casos por cimentos convencionais (Della Bona et al., 2009). No entanto, algumas situações clínicas tem como escolha a opção de cimentação adesiva com cimento resinoso e, portanto estas superfícies cerâmicas necessitam de um adequado condicionamento.

Segundo Thompson et al., 2011, cerâmicas com baixo teor de sílica, especialmente a zircônia, tornaram-se um tópico de grande interesse no campo de próteses e implantes dentários. Constatou ser um problema clínico o uso de componentes confeccionados de zircônia devido á dificuldade em conseguir adesão adequada com substratos sintéticos ou tecidos naturais. As estratégias adesivas tradicionais utilizadas com cerâmicas a base de sílica não tem a mesma eficácia com zircônia. Atualmente, várias alternativas estão sendo utilizadas para resolver este problema, e outras abordagens estão sob investigação (Piasck et al., 2009). O maior foco dos novos estudos relacionados à adesão da Y-TZP está principalmente na modificação de sua superfície inerte (Queiroz et al., 2012; Valandro et al., 2007, Amaral et al., 2008).

Os tratamentos mais estudados para cerâmicas infiltradas por vidro são partículas de abrasão com Al_2O_3 (50 a 110 μm em 2,5 bar) ou tratamento de tribosilicatização (Sistema Cojet ou Rocatec) associado ao uso de um cimento resinoso. Estudos laboratoriais sobre

resistência de união entre cerâmicas ácido-resistentes e cimentos resinosos sugerem que o uso de cimentos resinosos que contêm monômeros adesivos para melhorar a estabilidade da degradação hidrolítica desta interface (Bottino et al., 2009; Bottino et al., 2005; Valandro et al., 2008; Blatz et al., 2004).

Blatz, Sadan e Kern, 2003, através de uma revisão de literatura, avaliaram e compararam os estudos, *in vitro*, de cimentos resinosos às cerâmicas dentais. Dos artigos compilados 68 foram selecionados sobre a adesão do cimento resinoso a cerâmica à base de sílica, 8 sobre a adesão à cerâmica com óxido de alumínio e 3 sobre a adesão à cerâmica a base de zircônia. Os autores concluíram que para as cerâmicas à base de sílica o tratamento de superfície preconizado é a utilização de ácido fluorídrico de 2,5% a 10% por 2 ou 3 min seguido da aplicação de um silano. Tratamentos para a cerâmica a base alumínio são o jateamento de partículas de óxido de alumínio juntamente como uso de um cimento resinoso ou tratamento triboquímico combinado ao cimento resinoso convencional de BIS-GMA.

Ainda, comparado o número de estudos entre cerâmicas com fase amorfa (zircônia), e cerâmicas convencionais o número de estudos (*in vitro*), sobre suas resistências de união principalmente entre resina e cerâmica é menor, deixando assim uma lacuna a ser explorada cientificamente na busca de um maior entendimento quanto promover uma modificação superficial principalmente na zircônia estabilizada por ítria afim de melhorar suas características adesivas ao

cimento resinoso principalmente (Piascik et al., 2009, Benetti et al., 2011; Thompson et al., 2011).

A crescente demanda pela utilização de trabalhos estéticos neste material a base de zircônia e o surgimento de novos sistemas de usinagem requer que mais pesquisas sejam realizadas. Ensaio clínico controlado são necessários antes que indicações clínicas para determinado sistema cerâmico sejam dadas, seja referente às propriedades mecânicas do material ou as suas propriedades adesivas (Piascik et al., 2011; Piascik et al., 2012; Piascik et al., 2009).

Valandro et al., 2008, verificaram a influência de diferentes tratamentos de superfície de uma cerâmica a base de zircônia na resistência adesiva ao cimento resinoso Panavia F (Kuraray) sob diferentes ensaios mecânicos (microtração e cisalhamento). Amostras foram confeccionadas (27), discos de cerâmica alumina-zircônia foram confeccionados e divididos aleatoriamente em grupos de 9 para 3 diferentes tipos de tratamento de superfície: 1-óxido de alumínio AL_2O_3 110 μm , 2- Jateamento Rocatec Plus 110 μm 3- Sistema Cojet 30 μm . Todos os espécimes foram analisados em um microscópio com 50X de magnificação. As categorias de falhas foram divididas em falha adesiva entre a cerâmica e o cimento; falha de coesão do cimento; falha de coesão da cerâmica ou falhas de coesão do cimento e cerâmica. Os resultados foram analisados estatisticamente considerando o método de estudo os 3 métodos de tratamento de superfície. Concluíram que os resultados da força de adesão entre o cimento resinoso e a cerâmica não foram

estatisticamente significantes entre os dois métodos de teste (microtração e cisalhamento). Porém, quanto ao tratamento de superfície, a cobertura de sílica seguida de silanização mostrou resultados melhores de adesão quando comparada a abrasão com óxido de alumínio e silanização a despeito do tipo de teste realizado.

Atsu et al., 2006, estudaram uma alternativa de tornar a superfície da zircônia odontológica mais susceptível a cimentação resinosa. Desta forma foi delineado um estudo para testar a união entre uma cerâmica a base de zircônia à estrutura dentária e outros substratos. O sucesso da adesão entre resina e substrato depende de ligação mecânica por meio de retenções micromecânicas obtidas através da rugosidade da superfície (Anusavise et al., 2003). Como é desejável o estabelecimento de ligações químicas, estratégias de cimentação contendo ácido fosfórico (H_3PO_4) ou (HF) são comumente recomendadas para tratar a superfície de cerâmicas à base de sílica Bottino et al., 2009; Della Bona et al., 2009; Benetti et al., 2011). Esta modificação cria uma superfície áspera, isenta de contaminações, o que melhora a molhabilidade e aumenta a área de superfície disponível para ancoragem mecânica. Porém, H_3PO_4 e HF (ácido fluorídrico), não produzem o mesmo efeito na superfície de cerâmicas à base de zircônia, o que dificulta a criação de microretenções em sua superfície para obter uma retenção mecânica (Piascik et al., 2009). A falta de sílica prejudica a ligação química entre sílica-silano elementos necessários para silanização (Queiroz et al., 2012; Piascik et al., 2011. Piascik et al 2012).

Devido a dificuldade em criar a ligação mecânica e química em zircônia, métodos alternativos têm sido explorados afim de promover uma melhor adesão. Existem vários métodos usados para alterar a superfície: desgaste com brocas abrasivas ou rodas de óxido de alumínio, jateamento com partículas de óxido de alumínio ou outras partículas abrasivas que variam em tamanho de 50 a 250 μm , e a utilização de uma broca de diamante. A superfície de cerâmica usinada com brocas é uma alternativa usada com frequência para criar rugosidade na superfície de zircônia, para melhorar a adesão mecânica (Piascik et al., 2012). As vantagens destes métodos de tratamento de superfície é que eles geralmente são de fácil aplicação em ambiente odontológico (Kulunk et al., 2011). No entanto, a pesquisa mostrou que as técnicas de condicionamento de superfícies, utilizando cimentos resinosos tradicionais, não têm efeito significativo no aumento da resistência de união entre zircônia e substrato dentário (Thompson et al., 2011). Descrevem outro problema com estas técnicas de tratamento de superfícies é que elas podem criar microfissuras na superfície (Lohbauer et al., 2011). Estas falhas podem induzir pontos de iniciação de fraturas e também podem diminuir a força e tenacidade à fratura aparente (Lohbauer et al., 2011, Piascik et al., 2009), no entanto, a superfície usinada também resulta em uma mudança de fase de tetragonal para monoclínica na superfície da zircônia. Esta pode, teoricamente, produzir uma camada de tensão e compressão que neutraliza a propagação da falha induzida na cerâmica (Amaral et al., 2008; Della Bona., 2009).

Trabalhos realizados por Guazzato et al., 2005 e Kosmac et al., 2000, mostraram que o jateamento produziu a mudança de fase tetragonal mais eficaz para monoclínica quando comparado com polimento fino, usinagem com uma roda abrasiva, ou desgaste usando uma broca de diamante. Foi determinante para os autores que o jateamento foi capaz de induzir a transformação de fase a baixa temperatura, com baixos danos na superfície porém, cuidado também deve ser tomado quando realiza o tratamento térmico em zircônia pois tem sido demonstrado que as temperaturas no tratamento térmico, pode causar uma diminuição na resistência à flexão. A temperatura aplicada durante os tratamentos de calor, juntamente com as tensões residuais, às vezes pode ser suficiente para causar uma transformação da fase monoclínica de volta para a fase tetragonal, que aliviam a compressão.

Piasek et al., 2009, estudaram a modificação química da superfície de zircônia utilizando nano filmes depositados por plasmas (CVD). Blocos de pré-sinterizado zircônia ($14 \times 12 \times 20$ mm) foram regularizados com lixas d'água e submetidos ao jateamento com abrasivos ($50\mu\text{m}$ alumina, 28 MPa, 20sec).

Os espécimes foram expostos por aproximadamente 15 minutos a uma fase de vapor, com uma mistura de H_2O e SiCl_4 (Gelest SIT 7085.0) em um reator comercial (MVD-100, San José, CA), resultando na deposição da camada de SiO_2 com HCl como sub produto. A espessura do filme foi controlada principalmente pelo tempo de deposição. Duas espessuras de filme foram usadas para este estudo: 2,6 nm e 23 nm.

As amostras foram separadas nos seguintes grupos: Grupo 1 (controle), condicionamento da porcelana (HF 9,5%, 60 s), lavagem/secagem e aplicação de silano/adesivo. O conjunto bloco resina e porcelana receberam a cimentação adesiva, sobre uma carga pré estabelecida de 20N; Grupo 2- Zircônia (sem tratamento de superfície) foi tratada com silano e ligados a blocos resinosos; Grupo 3- Zircônia (sem tratamento de superfície) jateada com CoJet (3M-ESPE, 28MPa, 5-10mm por 15 seg), silanizadas e cimentados aos blocos; Grupo 4- Zircônia coberta por filme de SixOy (espessura~2,6mm) foi silanizada e cimentadas aos blocos; Grupo 5- Zircônia coberta por filme de SixOy (espessura~23mm) foi silanizada e cimentadas aos blocos; Grupo 6- Blocos de resinas também foram construídos e testados para calcular a força limite do composto. Após o armazenamento em temperatura ambiente por 24h, as amostras foram cortadas para obtenção de palitos (15 mm × 1.5 mm) para realização do teste de microtração. Os espécimes foram ensaiados com uma velocidade de 1 mm/min utilizando uma célula de carga de 50kgf. O teste estatístico ANOVA revelou uma diferença significativa na média do teste de microtração na resistência de união (29,2 MPa) e Amostras de zircônia não tratadas tiveram os menores valores de força de união, sendo único grupo a mostrar falhas pré testes durante o corte (aproximadamente 40%). As amostras com tratamentos de superfície exibiram maior força de adesão e nenhuma falha durante o corte. Estes grupos uniram casos de falha de coesão e combinação de falha coesiva e adesiva.

2.2 Molhabilidade

Quanto maior o escoamento na superfície (menor ângulo de contato) maior a área em contato entre um material aderente e outro adesivo. A maior área de contato entre adesivo e aderente é desejável, independente de como os mecanismos estarão envolvidos no processo adesivo (Della Bona 2007). Esta questão é notada nos casos onde o mecanismo de adesão por contato é o responsável por esta união. Mas, onde temos ancoragem mecânica como principal mecanismo envolvido se faz necessário que o material adesivo tenha a propriedade de escoar pelos picos e vales e/ou defeitos da superfície aderente para que tenhamos uma ancoragem mecânica eficiente (Della Bona et al., 2007). Quando há uma baixa tensão da superfície do material adesivo e uma alta energia da superfície do substrato aderente, este processo é potencializado. Nos casos da utilização de agentes de união, é importante citar que a baixa tensão superficial deste agente é inversamente proporcional a viscosidade e capacidade de espalhamento do mesmo (Marshall, et al., 2010).

Para calcularmos esta propriedade, três elementos devem ser considerados: o líquido (L), a superfície (S) e o vapor (V). O aspecto da gota sobre a cerâmica a ser analisada depende da energia de superfície de cada interface (LS, VL, VS), que dará origem ao formato da gota (circunferência), que nos possibilita de mensurar um ângulo entre a gota e a superfície testada. Este ângulo é formado pelas tangentes das interfaces ponto de intersecção das três fases, os mesmos devem estar em equilíbrio termodinâmico. Na Figura 01,

temos um exemplo esquemático de como é calculado através das retas tangentes às fases, correspondem às energias de superfície (γ) de cada interface e (θ) é o ângulo de contato do líquido, definido pelo ângulo interno a gota (Scharader, 2003; Oliveira Júnior, 2009).

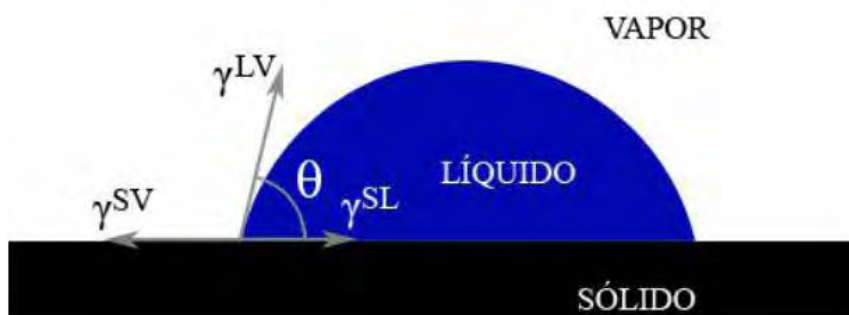


Figura 01 - Representação esquemática do ângulo de contato e das energias atuantes entre as interfaces (Oliveira Júnior, 2009).

As características do material que definem sua aversão à água, (hidrofóbico) ou afinidade à água (hidrofílico) se dá pela topografia e energia de superfície do material. A conformação desse ângulo de contato em função da variação de uma determinada grandeza física nos indica a ocorrência de alterações das características superficiais dos diferentes materiais em estudo, como visto na equação de Young (Scharader, 2003; Oliveira Júnior, 2009) onde as energias de superfície atuantes nas interfaces, sólido-líquido (γ_{SL}), sólido-vapor (γ_{SV}) e líquido-vapor (γ_{LV}) e o ângulo de contato (θ), determinam a energia de superfície do sólido.

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos(\theta) \quad (1)$$

2.3 Interface adesiva

Atualmente, um crescente aumento na procura por restaurações indiretas, principalmente as feitas de material cerâmico, Isto devido principalmente pelo apelo estético e previsibilidade dos resultados alcançados. O aumento da longevidade clínica das próteses totalmente cerâmicas deve-se ao avanço da tecnologia de emprego e obtenção destes materiais, melhorando suas propriedades mecânicas e estéticas (Bottino et al., 2009, Valandro et al., 2008). Adicionalmente, os cimentos resinosos tem se mostrado cada vez mais eficazes na adesão a cerâmicas odontológicas, facilitando e melhorando o processo de cimentação e os resultados clínicos (Tanumiharja et al., 2000).

Este material apresenta como vantagens a união aos substratos, baixa solubilidade, facilidade de manipulação e boa estética. O uso destes agentes cimentantes resinosos tem apresentado em ensaios mecânicos maiores valores de resistência à fratura por fadiga em restaurações livres de metal, cerâmicas, quando comparados aos cimentos convencionais à base de ionômero de vidro e cimento de fosfato de zinco (Groten e Probst, 1997).

Mesmo com constantes estudos científicos sobre o assunto de adesão em cerâmicas atualmente, não há cimento ideal para todas as situações clínicas (Federlin et al., 2004). O clínico deve basear a escolha do agente cimentante em suas propriedades físicas,

biológicas e de manipulação, somado às características do preparo coronário e da peça protética (Federlin et al., 2004; Abo et al., 2005). Os cimentos resinosos se dividem de acordo com sua polimerização, podendo ser classificados em: de polimerização química, física (fotopolimerizável) e de polimerização dual (Jivraj et al., 2006).

Os cimentos resinosos de dupla cura (duais), foram idealizados na tentativa de somar suas características desejáveis da polimerização química e ativação por luz, a fim de tornar o grau de conversão nas áreas mais profundas mais adequado (Ozyesil et al., 2004), pois apresentam as melhores combinações de propriedades (Ceballos et al., 2007). As propriedades mecânicas, segundo Ceballos et al., 2006, dos cimentos de polimerização dual, estes apresentam melhores propriedades mecânicas que os cimentos somente fotopolimerizáveis ou de polimerização química.

Mesmo utilizando cimentos duais, a fotoativação se faz necessária para estabilizar a peça protética na posição de assentamento final e melhorar o grau de conversão e as propriedades físicas do cimento (Cesar et al., 2001). Os cimentos de polimerização dual possuem os co-iniciadores, peróxido de amina, encontrados também nos compósitos quimicamente ativados e também os fotoiniciadores (canforoquinona), que também estão presentes nas resinas compostas fotopolimerizáveis (Peters e Meiers, 1996). Apesar disso, El-Mowafy e Robo, em 2000, observaram que ocorre redução das propriedades físicas ideais dos compostos resinosos e do desempenho dos mesmos, quando houver polimerização incompleta de cimentos resinosos de presa dual.

Segundo Oberlander et al., 1999, a adequada polimerização é um fator crucial para obter propriedades físicas ideais e um desempenho clínico satisfatório do agente cimentante resinoso. A polimerização inadequada diminui as propriedades físicas desejáveis do composto, diminuindo a força a resistência de união, o ganho de água e a estabilidade de cor.

A falta de polimerização completa (conversão de monômeros em polímeros durante e após a fotoativação) é passível de liberação de substâncias tóxicas, devida formação inadequada da rede do polímero (Ferracane, et al., 1985; Ozyesil et al., 2004). O fator polimerização, ou seja, a quantidade de conversão dos monômeros é considerada a principal condição de modular resultado desejável do material cimentante, pois afeta muito as propriedades mecânicas e o potencial de causar reações biológicas adversas (Ferracane et al., 1985).

O desejável seria que todo material converte-se em polímero durante o processo de cimentação (Hochman e Zalking 1997). Hoje o que está disponível no mercado infelizmente é agentes cimentantes que apresenta em sua composição monômeros de dimetil metacrilato e estes por sua vez exibem monômeros residuais em taxas consideráveis.

A taxa de conversão de uma resina varia entre 55% a 75% sob fotoativação convencional (Ferracane et al., 1985; Silikas et al., 2000). A condição polimerização final de uma resina depende também das condições como a atmosfera, a temperatura, a intensidade luminosa, e a concentração de fotoiniciador esta taxa de conversão se

atribui também ao cimento resinoso já que o mesmo é à base de resina (Sideridou et al., 2002).

Os agentes cimentantes de cura dual são geralmente compósitos híbridos baseados em Bis-GMA, e a polimerização é iniciada quimicamente e/ou pela luz visível usando uma intensidade de luz de 400 a 500mw/cm.

Temos presente no mercado alguns cimentos resinosos que polimerizam quimicamente através da ausência de oxigênio e reações químicas com início na fotoativação (Kumbologlu et al., 2004). Existem estudos que relatam que a polimerização de cura química não é suficiente para garantir alta resistência e polimerização aceitável do cimento resinoso (Hasegawa et al., 1991; El-Mowafy et al., 1994; El-El-Mowafy et al., 1999; Soares et al., 2006). Isto foi comprovado em trabalhos onde corpos de prova cerâmicos com dimensões de 4 mm de espessura e cor A3,5 e A4 tiveram suas resistências medidas e apontaram resistências mais baixas e o resultado com diferença estatística menor comparado a outros tipos de cimentação resinosa (Soares et al., 2007, descreveram o ponto crítico foi o grau de polimerização devido à dificuldade da penetração da luz através da cerâmica e da dúvida da cura química na ausência do ativador luminoso (El-Mowafy et al., 1999).

2.4 Métodos de deposição.

Atualmente vários processos de deposição de filmes finos são conhecidos. Os processos que envolvem deposição pela fase de vapor podem ser divididos em duas grandes áreas: CVD (*Chemical Vapour Deposition*) e PVD (*Physical Vapour Deposition*).

O processo de deposição por PVD caracteriza-se pelo fato que a geração e o transporte de vapores a partir da fonte geradora até o substrato são feitos por meios físicos. Isso é possível, pois neste caso, o processo de deposição ocorre essencialmente sobre condições de baixa pressão, o que garante que os átomos extraídos da fonte geradora cheguem ao substrato. No processo os átomos são obtidos através do arranque de uma fonte sólida, que é chamada de alvo (figura 2), e são espalhados em uma direção preferencial (Queiroz, et al., 2011, Queiroz, et al., 2012, Park et al., 2007).

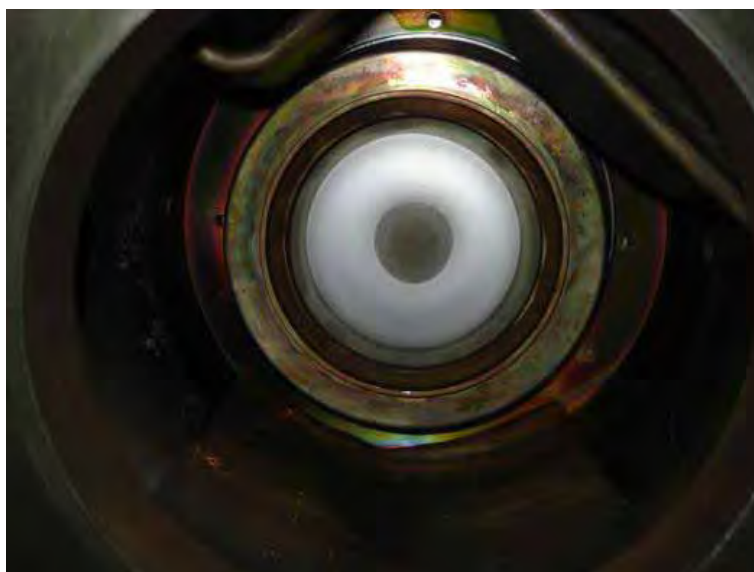


Figura 02 Alvo fixado no interior do reator

O gás mais utilizado é o argônio que, depois de ionizado, bombardeia o alvo, promovendo o arranchamento ou pulverização. O argônio é normalmente utilizado devido ao seu alto peso atômico que faz com que se tenha alto rendimento no arranque de átomos do alvo, também possui baixo custo e é inerte quimicamente. Também são usados outros métodos para arranque dos átomos do alvo, como o uso por feixe de laser.

Já as técnicas CVD são feitas com a utilização de materiais passíveis de volatilização. Este serão introduzido na câmara de processamento onde passarão por reações químicas sobre a superfície do substrato a fim de produzir um sólido não volátil, que se depositará formando um filme (Yasuda et al., 1985). Estas podem ser exemplificadas pelas técnica de deposição química assistida por plasma (PECVD, *plasma assisted chemical vapor deposition*), podendo este ser gerado por diferentes fontes como a rádio frequência (RF-PECVD) ou por descarga contínua (DC-PECVD). Dentre os precursores utilizados para deposição de filmes à base de silício estão o gás silano (SiH_4) e o gás hexametilsiloxano (HMDSO), ($\text{C}_6\text{H}_{18}\text{OSi}_2$).

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo propõe avaliar a resistência de união ao cisalhamento de um cimento resinoso auto-adesivo a um substrato a base de zircônia, em função de diferentes tipos de tratamentos de superfície;

Os objetivos específicos são;

Avaliar a influencia de diferentes tipos de tratamentos de superfície na resistência de união a zircônia

Analisar a influencia de um nano filme a base de carbono depositado pela técnica (PECVD), na resistência de união entre a zircônia e o cimento resinoso pelo cisalhamento

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Material

O material utilizado neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais e fabricantes, estão apresentados no Quadro 1.

4.2 Métodos

4.2.1 Confeção das amostras

Com o auxílio de um disco diamantado dupla face montado em peça reta/micro-motor e sob irrigação, blocos cerâmicos foram seccionados para a obtenção de 30 amostras de cerâmica à base de Y-TZP (Cercon, Dentsply) com área da superfície adesiva de aproximadamente 2,4 µm para realização do ensaio de cisalhamento. Utilizando lixas d'água de granulação fina (nº1.000 e 1.200), os blocos tiveram suas superfícies regularizadas, de maneira que todas as faces ficassem planas.

Quadro 01 - Marca comercial, tipo do material, composição química, fabricante e número de série dos produtos utilizados

Marca Comercial	Tipo do Material	Composição química	Fabricante	Série
Cercon	Cerâmica	Óxidos de zircônio, Ítrio e Hafnio	Dentysply, USA	318900-3
Óxido de alumínio	Partículas (100 µm)	Óxido de alumínio	Polidental, São Paulo, Brasil	20919
Rocatec	Partículas (110µm)	Alumina revetida por sílica	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA	
RelyX U100	Cimento resinoso	Monômeros fosfatados, sílica, metacrilatos, iniciadores e catalizadores	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA	394291
Monobond-S	Agente silano	3-MSP metacrilato, álcool	Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein	N01595



Figura 03 - Bloco cerâmico YTZP (Dentsply Degudent, Hanau, Alemanha).

Em seguida, as amostras foram sinterizadas em forno Zyrcomat (Vita Zahnfabrik, Alemanha) a 1.530°C reduzindo seu volume em aproximadamente 30 %, obtendo-se uma área adesiva de aproximadamente $1,05 \times 1,05 \text{ cm}$. Tal fato se deve ao empacotamento dos óxidos durante o processo de crescimento dos grãos.

Para análises complementar de rugosidade, 04 amostras com área da superfície de aproximadamente $1,05 \times 1,05 \text{ cm}$ (1 amostra para cada tratamento de superfície) foram confeccionadas utilizando o mesmo protocolo de confecção das amostras.

Após a sinterização, com o auxílio de um politriz (Struers DPU-10, Panambra, Brasil), a superfície adesiva dos blocos cerâmicos foi novamente regularizada com lixas d'água de granulação decrescente (600, 800, 1.000 e 1.200) sobre refrigeração a água.

4.2.2 Inclusão das amostras

Com o auxílio de uma matriz confeccionada em alumínio contendo um compartimento circular, as 30 amostras obtidas foram incluídas em resina acrílica ativada quimicamente (Clássico, Brasil), de maneira que a face adesiva permanecesse em contato com o molde alumínio (Figura 5a e 5b).



Figura 04 a) Matriz de alumínio para inclusão das amostras, contendo um compartimento circular; b) amostra incluídas em resina acrílica.

Após a polimerização da resina acrílica, os blocos tiveram suas bordas externas em resina acrílica regularizadas na politriz sobre constante refrigeração.

4.2.3 Tratamentos de superfície das amostras

As amostras (60 amostras), foram aleatoriamente divididas em seis grupos ($n=10$) sendo dois sub-grupos com e sem filme (a- polido sem tratamento, b- Jateado com Al_2O_3 , c- Jateado com Rocatec). Previamente aos tratamentos de superfície, as amostras de todos os grupos foram imersas em álcool isopropílico a 96%, dentro de um recipiente de vidro, e submetidas à limpeza em aparelho sônico durante 10 min (Vitasonic, Vita Zanhfabrik, Alemanha). Em seguida, as amostras foram posicionadas sobre gases secas onde permaneceram por 10 min para que se garantisse a completa evaporação do álcool e,

desta forma, permitissem a execução dos protocolos de acordo com o grupo experimental.

Quadro 01 Divisão dos grupos experimentais

GRUPOS	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	FILME
G1	Polido	SEM
G2	Polido	COM
G3	Jateamento com alumina	SEM
G4	Jateamento com alumina	COM
G5	Jateamento com Rocatec plus	SEM
G6	Jateamento com Rocatec plus	COM

4.2.3.1 Jateamento das superfícies de zircônia

Para as amostras dos grupos jateados (G3, G4, G5, e G6), a abrasão da superfície foi realizada com partículas de alumina e com sistema Rocatec de 110 μm , essas amostras foram jateadas com o auxílio de microjateador (Cojet-Prep, 3M ESPE, Alemanha) a uma distância aproximada de 10 mm entre a superfície adesiva das amostras e a ponta do microjateador. O jateamento foi realizado durante o período de 20 s, mantendo-se uma pressão de 2,8 bar (figura 06).



Figura 05 Dispositivo de jateamento para utilização do sistema Rocatec e Al_2O_3 .

4.2.3.2 Deposição do filme à base de HMDSO

Para as amostras dos grupos onde houve o crescimento de um nanofilme à base de Hexametilsiloxano na superfície adesiva da cerâmica (G2, G4 e G6), o processo escolhido para a deposição foi o de mecanismo químico em fase de vapor – PECVD.



Figura 06 - Visor de parametros da deposição (PECVD)

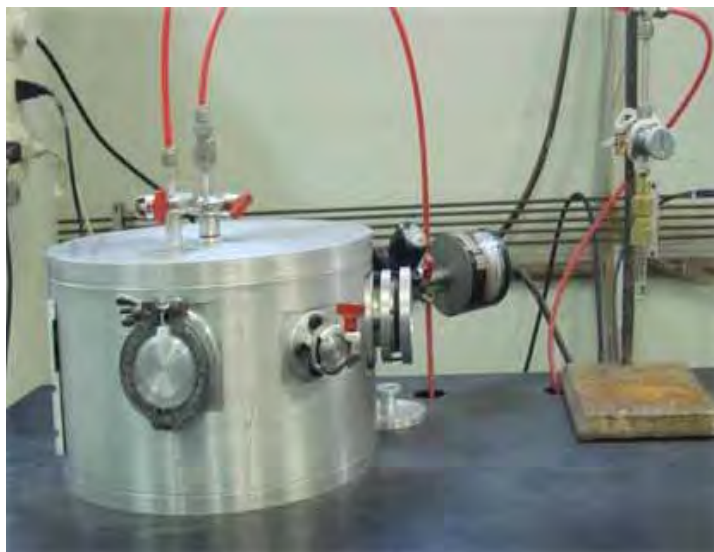


Figura 07- Reator de plasma (PECVD) utilizado Laboratório de Plasma (ITA- São José dos Campos).

Quadro 02 Os parâmetros utilizados para realização das deposições são descritos na tabela abaixo

GÁS	VAZÃO	POTÊNCIA	HDMSO	PRESSÃO TOTAL	PRESSÃO FUNDO
Oxigênio	46,1sccm	150wts	Hexametilsiloxano	90 Mtorr	16 Mtorr

Após o crescimento do filme sobre o substrato cerâmico, a fonte de corrente elétrica foi desligada e o fluxo de gás para o interior da câmara bloqueado. Para a abertura do reator, foi efetuada a quebra do vácuo e aguardado um período de 5 min para que houvesse um resfriamento inicial das amostras. O porta-amostra foi removido do reator e, com o auxílio de uma pinça clínica, as amostras foram armazenado em recipiente seco e fechado.

4.2.4.3 Rugosidade da superfície

Para análise qualitativa da geometria tridimensional (3D) da superfície cerâmica após cada protocolo, 01 amostra de cada grupo foi observada por rugosímetro de contato modelo SJ 400 (Mitutoyo Japão).

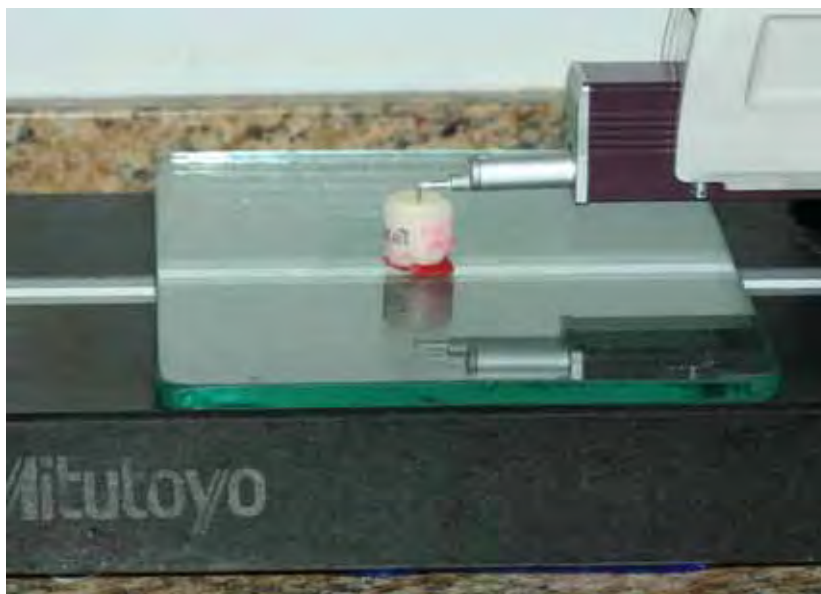


Figura 08 - Rugosímetro de contato SJ 400 (Mitutoyo-Japão).

Os parâmetros de rugosidade analisados nessa pesquisa foram:

- a) Ra: média aritmética dos valores absolutos de picos e vales a partir de um plano médio;
- b) Rz: é a media dos valores absolutos dos cinco maiores vales e picos em relação a um plano médio;

4.2.5 Ângulo de contato

Amostras de cerâmica à base de Y-TZP foram submetidas aos diferentes tratamentos de superfície (n=6) para análise de ângulo de contato. Foram realizadas 6 leituras para cada amostra totalizando 6 ângulos de contato para cada grupo sendo 3 gotas do líquido água deionizada e 3 gotas do líquido dióxido de metano. A determinação do ângulo de contato foi realizada a temperatura ambiente (20°) e sob controle da umidade relativa do ar (40%) sobre a superfície plana de um sólido após 5 s. Esta análise foi realizada por um goniômetro (Ramé-Hart – DROPimage, Advanced, USA).

A determinação dos valores de ângulo de contato para a água deionizada foi realizada com o auxílio do software DROP image Advanced, em todas as condições analisadas.

4.2.6 Aplicação do agente de união

Previamente à aplicação dos agentes de união, as amostras foram imersas em água destilada dentro de um recipiente de vidro, e submetidas à limpeza em aparelho sônico durante 10 min (Vitasonic, Vita Zahnfabrik, Alemanha). Em seguida, as amostras foram posicionadas sobre gazes secas onde permaneceram por 10 min para que se garantisse a completa evaporação da água e, desta forma,

permitissem a execução dos protocolos de acordo com o grupo experimental.

Seguiu-se, então, a aplicação dos agentes de união, realizada à temperatura de 20 °C e umidade relativa do ar mantida em 45%.

Para os grupos G3, G4, G5 e G6, com o auxílio de um *microbrush* (KG Sorensen, Brasil), aplicou-se uma camada do agente de união silano Monobond-S (Ivoclar/Vivadent) sobre a superfície da cerâmica mediante fricção em movimentos circulares por 20 s. Foram aguardados 60 s (conforme recomendações do fabricante) para reação deste com a superfície. Após esse período, o excesso de silano foi removido com jato de ar livre de óleo a 2,8 bares por 20 s antes da confecção dos cilindros de cimento adesivo.

Os grupos G1 e G2 representam amostras controles de zircônia polida com e sem filme os quais não receberam agentes de união.

4.2.7 Cimentação Adesiva

Um cilindro de cimento resinoso (Figura 11) foi construído na superfície de cimentação da cerâmica. Para padronizar o diâmetro da área adesiva bem como a altura do incremento de cimento resinoso (Relyx U100), foram utilizados dispositivos plásticos, cortados de mangueira de polietileno com a altura de 4 mm e diâmetro

interno de $2,4 \mu\text{m}^2$ (Figuras 9 e 10). O orifício do dispositivo plástico foi posicionado sobre a superfície, de maneira que toda a camada do cimento ficasse em contato com a cerâmica, e fixado com o auxílio de um gotejador metálico, cera 7 e lamparina.



Figura. 09 - Cilindro de polietileno na dimensão 4 mm x 2,4mm

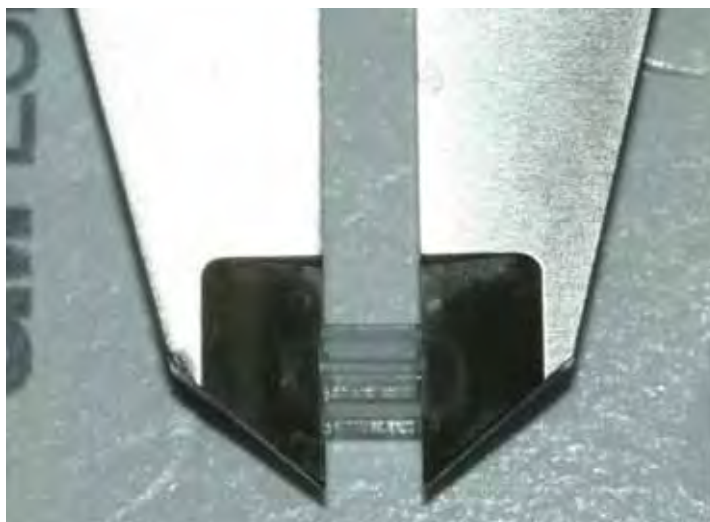


Figura 10 - Detalhe da mensuração da matriz de polietileno com paquímetro digital



Figura11 – Incremento de cimento resinoso depositado na superfície de cerâmica tratada.

Com o auxílio de um bloco de papel e uma espátula plástica, a pasta base e a pasta catalisadora foram manipuladas. Após a homogeneização total da mistura, o cimento resinoso (RelyX U100) foi inserido nas matrizes com a ajuda de uma gotejador onde permaneceu até completa autopolimerização. Após 18 h os espécimes foram fotopolimerizados, por 40 s com lâmpada de 600 W (figura15), Após 24 h em temperatura ambiente os tubos plásticos foram removidos e os espécimes armazenado em água destilada a 37 °C por 24 h.



Figura. 12. Material para cimentação.

4.3.0 Ensaio de Resistência ao Cisalhamento

Este teste foi realizado em máquina de ensaio universal EMIC, modelo DL-1000 (São José dos Pinhais, Brasil). Um dispositivo metálico foi utilizado para posicionar a amostra na máquina de ensaio de maneira que a interface cerâmica/cimento ficasse perpendicular ao plano horizontal. Outro dispositivo em forma de faca foi fixado à célula de carga (50 Kgf) para que o carregamento fosse realizado na interface cerâmica/cimento com velocidade constante de 1 mm/min até o momento da fratura.



Figura 13. Dispositivo para cisalhamento.

5. RESULTADOS

5.1 Análise Estatística

Para constatação de diferença estatisticamente significativa entre as médias dos diferentes grupos foi aplicado o teste, escolhido de acordo com o número de fatores envolvidos na análise. Os dados de rugosidade foram submetidos à análise de comparação entre as médias. Os dados de resistência adesiva foram submetidos à análise de variância Anova 2-fatores (“tratamento de superfície” e presenças de filme).

A fim de encontrar os grupos que diferem estatisticamente, quando há constatação deste pelos testes de análise de variância, é realizado um teste de comparação de médias. O teste de Tukey foi escolhido para este trabalho por ser um rigoroso teste de comparação de médias e de fácil aplicação. Para os testes de análise de variância Anova 2-fatores e para o teste de Tukey o nível de significância foi estabelecido em $P \leq 0,05$ (Anova) e $P \leq 0,05$ (Tukey). Para tanto, foi utilizado o Programa Statistix 8.0 for Windows (Analytical Software Inc, Estados Unidos).

As médias e desvio padrão da resistência adesiva dos grupos analisados encontram-se apresentados na Tabela 03.

Tabela 01 – Média dos valores de resistência adesiva (MPa) e desvio padrão (DP) após o ensaio de cisalhamento para os diferentes grupos

GRUPOS	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	FILME	MÉDIA	DP	Média MPA
G1	Polido	SEM	4,96	4,86	6,42
G2	Polido	COM	7,88	3,62	
G3	Jateamento com alumina	SEM	26,30	7,59	20,99
G4	Jateamento com alumina	COM	15,68	3,66	13,32
G5	Jateamento com Rocatec plus	SEM	23,71	10,10	20,66
G6	Jateamento com Rocatec plus	COM	17,6 2	5,92	13,72

A análise de variância (Anova 2-fatores) revelou que a resistência adesiva foi influenciada por todos os fatores (“tratamento de superfície” e “presença de filme”) e pela interação entre os fatores analisados, conforme mostra a Tabela 03.

Para o fator “tratamento de superfície”, o grupo polido (6,42 Mpa) se apresentou significativamente inferior aos grupos jateados com alumina (20,99 MPa) e Rocatec plus (20,66 MPa), que por sua vez não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si. Com relação à presença ou não de filme na interface adesiva, os grupos sem filme (18,32 Mpa) tiveram média significativamente maior que os grupos com filme (13,72 MPa), principalmente por causa da resistência adesiva apresentada por G3 quando comparada a G4.

Com relação à interação entre os fatores analisados, o teste também apontou que houve diferença estatisticamente significativa (Tabela 04).

Tabela 02 - Resultados da análise de variância (Anova 2-fatores) para resistência adesiva ao cisalhamento onde:

Fatores	DF	SS	MS	F	P
A	2	2768,64	1384,32	33,93	0,0
B	1	317,54	317,54	7,78	0,0073
A x B	2	475,43	237,71	5,83	0,0051
Erro	54	2203,13	40,8		
Total	59	5764,75			

A = tratamento de superfície; B = presença de filme; DF = grau de liberdade; SS = é a soma quadrática das diferenças entre a média de cada nível de um referido fator e a média geral; MS = é o quadrado médio resultante da SS dividido pelo respectivo DF; F = é o valor da estatística F referente a cada fator e é resultante da divisão da MS do fator pela MS do resíduo (Erro); P = é a probabilidade de se encontrar um valor maior que F. Foi assumido que o nível de significância para P teria que ser menor que 0,05.

O teste de Tukey ($P \leq 0,05$) revelou que o filme interferiu negativamente nos resultados de resistência adesiva para a superfície jateada com óxido de alumínio e não interferiu nos resultados dos demais tratamentos de superfície (Tabela 04). Porém, os dados mostram um menor desvio padrão nos resultados de resistência adesiva para os grupos que possuem o filme aplicado em sua superfície (Tabela 03).

Tabela 3 Comparação dos valores médios de resistência ao cisalhamento (Mpa) para os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$).

GRUPOS	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	FILME	Teste de Tukey			
			A	B	C	D
G3	Jateamento com alumina	SEM	X			
G5	Jateamento com Rocatec plus	SEM	X	X		
G6	Jateamento com Rocatec plus	COM		X		
G4	Jateamento com alumina	COM		X	X	
G2	Polido	COM			X	X
G1	Polido	SEM				X

5.2 Resultados para rugosidade

Foi realizada análise de rugosidade de uma amostra representativa de cada tratamento sendo: de acordo com a Tabela 05, em cada amostra foi realizada 6 medidas, três transversais e três medidas paralelas e assim realizado as médias de cada parâmetro Ra e Rz.

Tabela 04: Medias dos parâmetros de rugosidade Ra e Rz.

Amostras	Ra (média)	Rz (média)
Polido sem filme	0,07	0,08
Polido com filme	0,10	1,18
Jateamento Al_2O_3 COM	0,26	2,3
Jateamento Al_2O_3 SEM	0,23	2,1
Rocatec com	0,16	2,3
Rocatec sem	0,19	2,0

A maior rugosidade apresentada pelo grupo com jateamento com óxido de alumínio com ($R_a=0,26$ e $R_z=2,3$) seguido do tratamento com sistema Rocatec com ($R_a=0,16$ e $R_z=2,3$) e por fim o grupo polido com menores valores com filme ($R_a=0,10$ e $R_z=1,18$) e por último o polido sem tratamento somente polimento com lixas d'água até 1200 com ($R_a=0,07$ e $R_z=0,08$).

5.2 Resultados Ângulo de contato.

Nas diferentes superfícies estudadas analisamos os resultados do ângulo de contato para os diferentes tratamentos já descritos neste trabalho. Os resultados foram submetidos à análise estatística Anova 1-fator (Tabela 7) e teste de Tukey (Tabela 11).

Os resultados de ângulo de contato para estes grupos foram medidos com base no valor de 20° (ângulo limite de detecção do goniômetro).

Tabela 05 Valores de ângulo de contato com solução de água pelo teste Anova 2 fatores.

Source	DF	SS	MS	F	P
FILME	1	86.18	86.180	6.70	0.0147
TRATAMENTO	2	216.60	108.301	8.43	0.0012
FILME*TRATA/TO	2	1419.14	709.569	55.20	0.0000
Error	30	385.63	12.854		
Total	35	2107.55			
Grand Mean	42.825		CV 8.37		

Tabela 06 A comparação dos valores médios de goniometria para os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$).

GRUPOS	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	FILME	Teste de Tukey		
			A	B	C
G2	Polido	COM	X		
G3	Jateamento com alumina	SEM	X		
G5	Jateamento com Rocatec Plus	SEM	X		
G6	Jateamento com Rocatec Plus	COM			
G4	Jateamento com alumina	COM		X	
G1	Polido	SEM			X

Tabela 07 A comparação dos valores médios de goniometria para solução diodo metano e os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$).

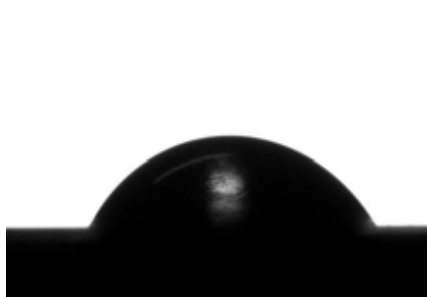
Source	DF	SS	MS	F	P
FILME	1	58.778	58.778	16.24	0.0004
TRATAMENTO	2	223.109	111.551	30.81	0.0000
FILME*TRATA/TO	2	44.056	22.028	6.08	0.0061
Error	30	108.610	3.620		
Total	35	434.546			

Tabela 8 Teste Tukey ($p < 0,005$). A comparação dos valores médios de goniometria para solução diodo metano e os diferentes grupos. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias.

FILME	TRATAMENT	Mean	Homogeneous Groups
COM	Polido	40.983	A
SEM	Rocatec	37.733	A B
COM	Rocatec	37.233	B
SEM	Polido	36.317	B
COM	Alumina	34.633	B
SEM	Alumina	31.133	C

Tabela 9 A comparação dos valores médios de goniometria para solução dióxido de carbono e os diferentes grupos com filme e sem filme. A marcação das letras indica as diferenças estatísticas entre as médias (Tukey; $p < 0,05$).

FILME	Mean	Homogeneous Groups
COM	37.617	A
SEM	35.061	B



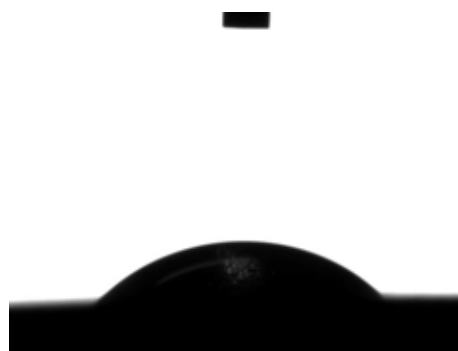
a) Polida com filme H₂O



b) Polido com filme DICH₄



c) Rocatec com filme DICH₄



d) Rocatec com filme H₂O

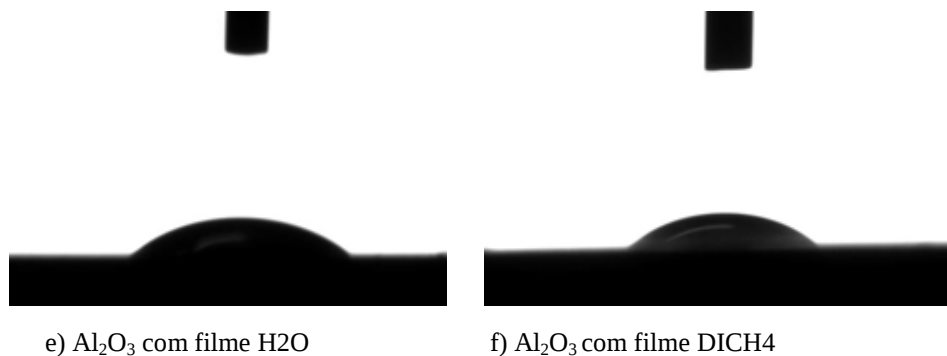
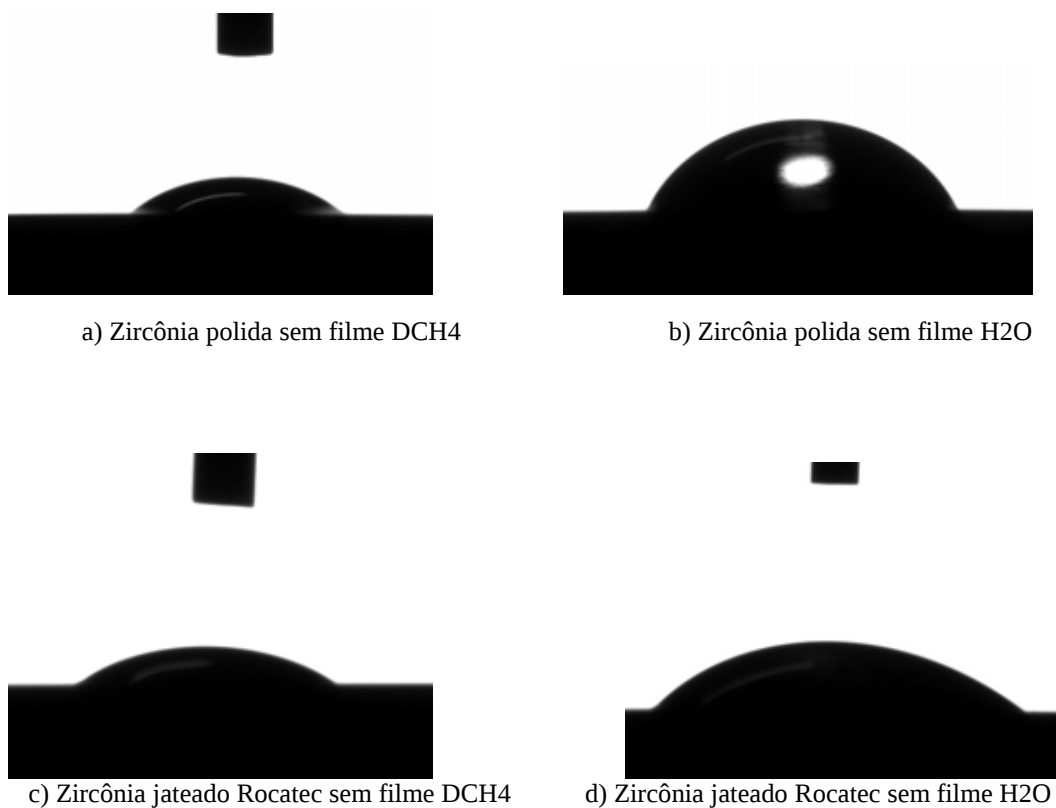


Figura 14 - Imagens produzidas através do aparelho goniômetro com gotas de densidades diferentes (H_2O e DICH_4), sobre o substrato cerâmico após diferentes tratamentos de superfície e recobertos com filme: a e b) cerâmica polida c e d) cerâmica jateada Rocatec; e e f) cerâmica jateada Al_2O_3 com filme.



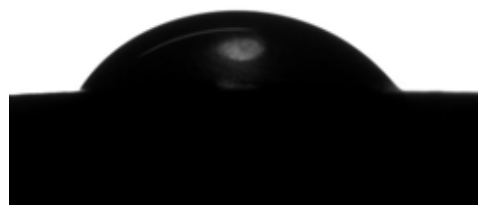
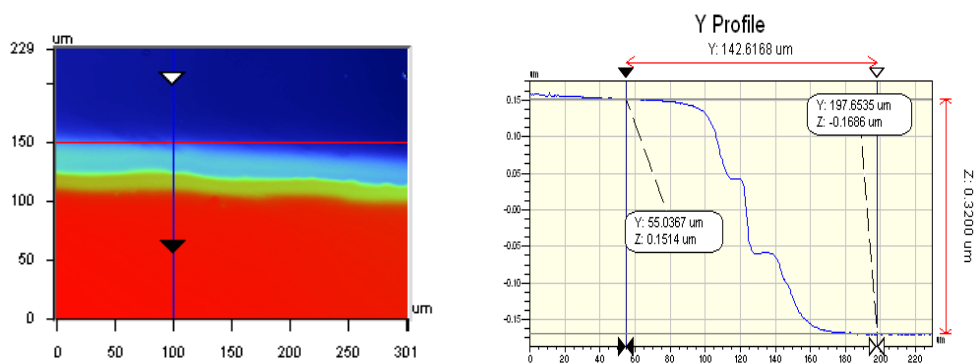
e) Zircônia AL₂O₃ sem filme DCH₄f) Zircônia jateado AL₂O₃ sem filme H₂O

Figura 15 - Imagens produzidas através do aparelho goniômetro com gotas de densidades diferentes (H₂O e DICH₄), sobre o substrato cerâmico após diferentes tratamentos de superfície sem o recobertos com filme: a e b) cerâmica polida; c e d) cerâmica jateada Rocatec; e e f) cerâmica jateada AL₂O₃.

5.4 Resultados de análise de perfilometria ótica



Figura

16 - Lâmina de silício para mensuração da espessura do filme (3.20μm) na desposição AL₂O₃.

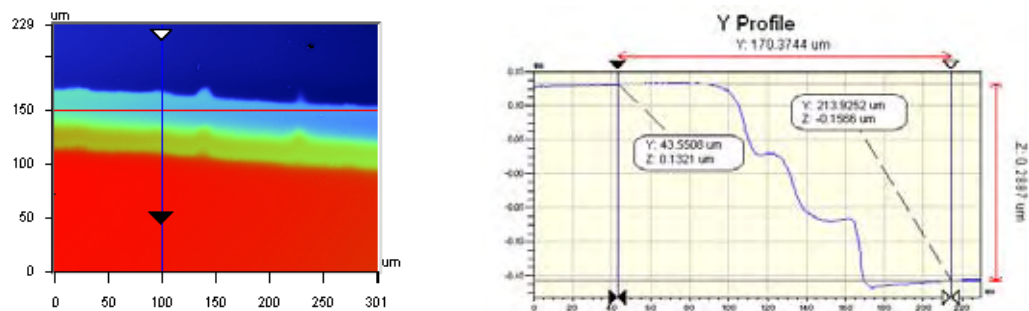


Figura 17- Espessura filme na deposição jateado Rocatec (2,88μm).

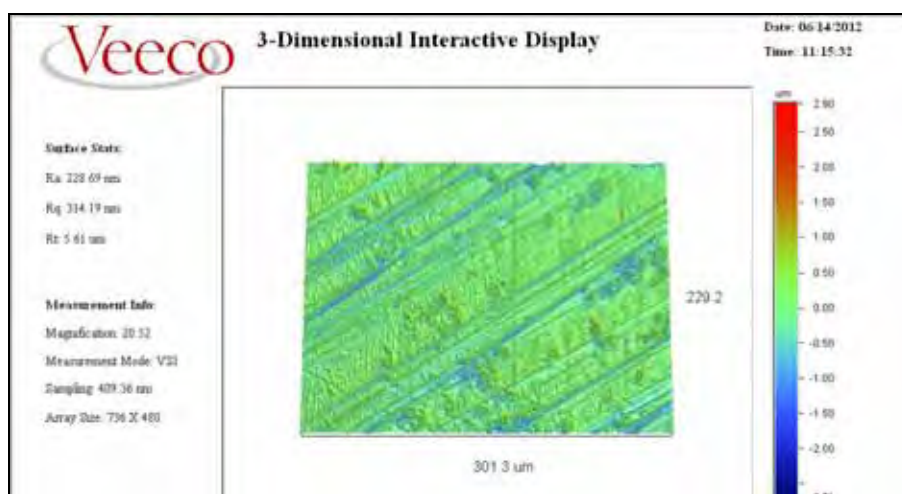


Figura 18 - Topografia em 3D, da amostra polida com filme e dados de rugosidade.

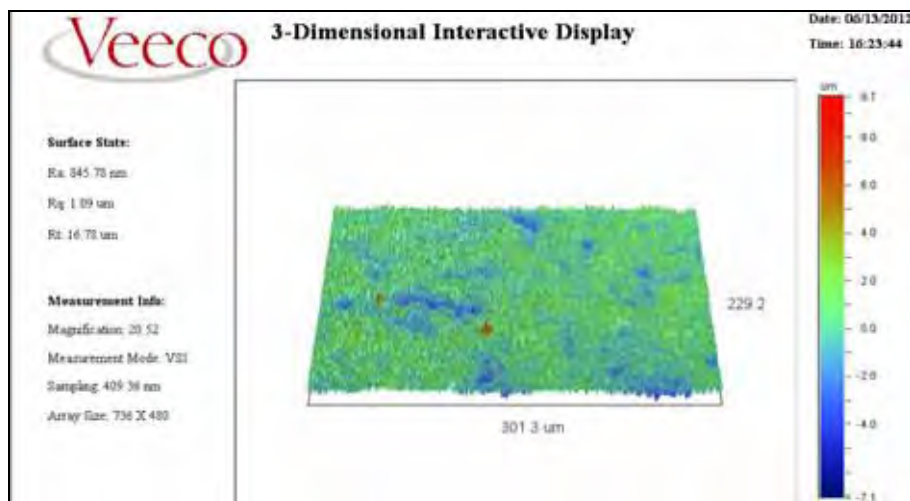


Figura 19 - Topografia da amostra com filme jateada Rocatec e dados de rugosidade.

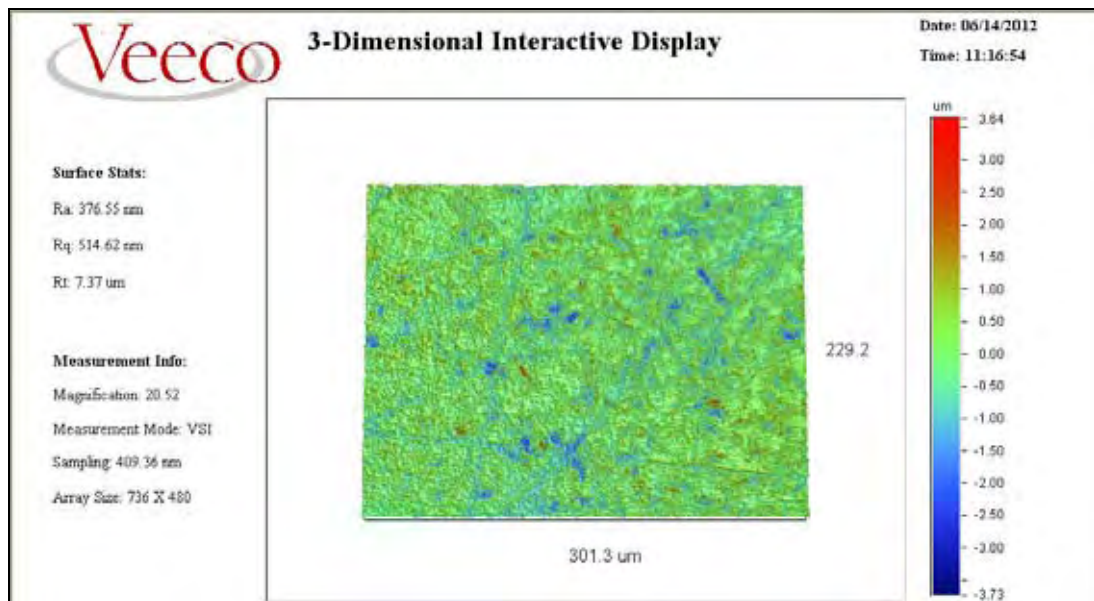


Figura 20 - Topografia da amostra Jateada com óxido de alumínio sem filme e dados de rugosidade.

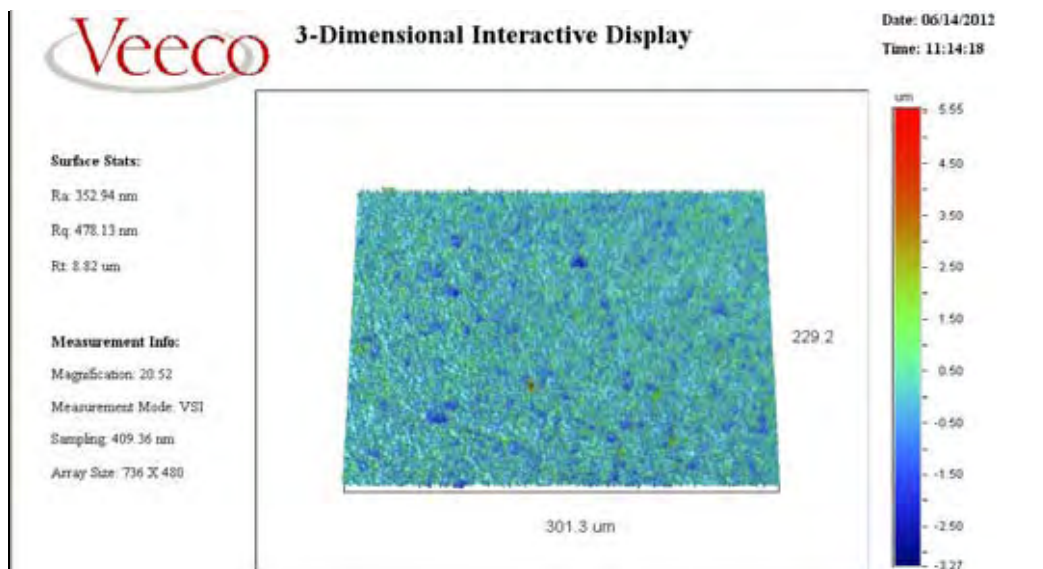


Figura 21 - Topografia da amostra Jateada com Rocatec sem filme e dados de rugosidade.

5.5 Análise química por EDS e Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

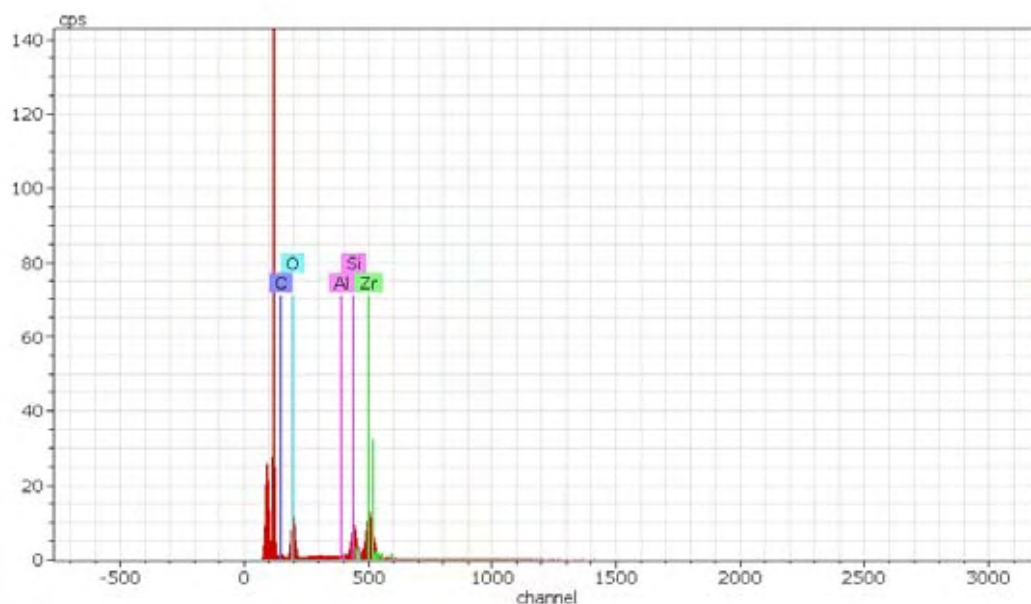


Figura 22 - Evidencia da presença de carbono silício alumínio oxigênio e a base substrato de zircônia polida com filme (HDMSO).

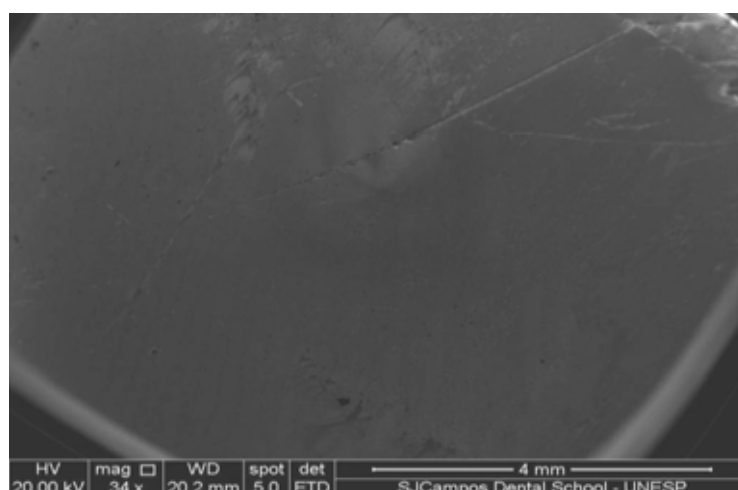


Figura. 23 - Aspecto topográfico do substrato zircônia polido com filme aspecto mais liso em comparação aos demais tratamentos.

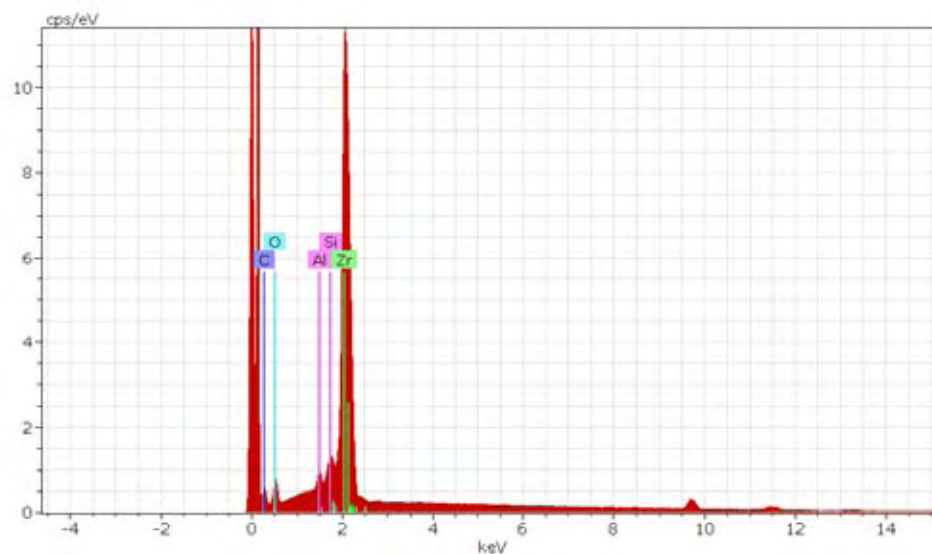


Figura 24 - Análise química em superfície tratada com Rocatec recoberta com filme (HDMSO).

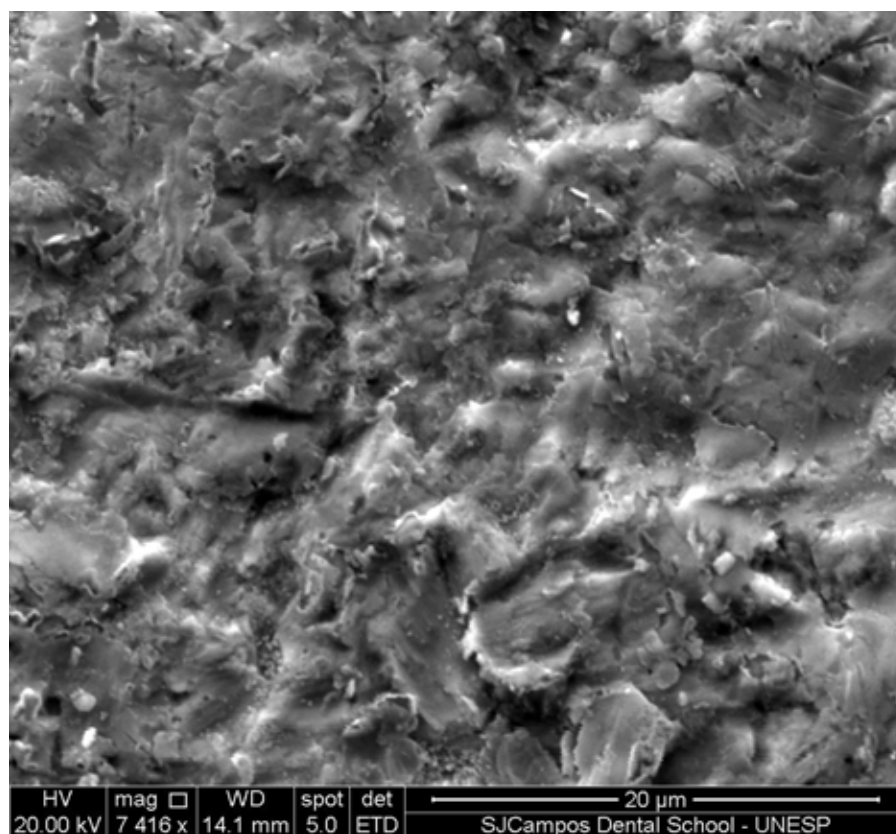


Figura 25 - Aspecto topográfico do substrato zircônia jateada com Rocatec com filme aspecto mais rugoso em comparação ao grupo polido.

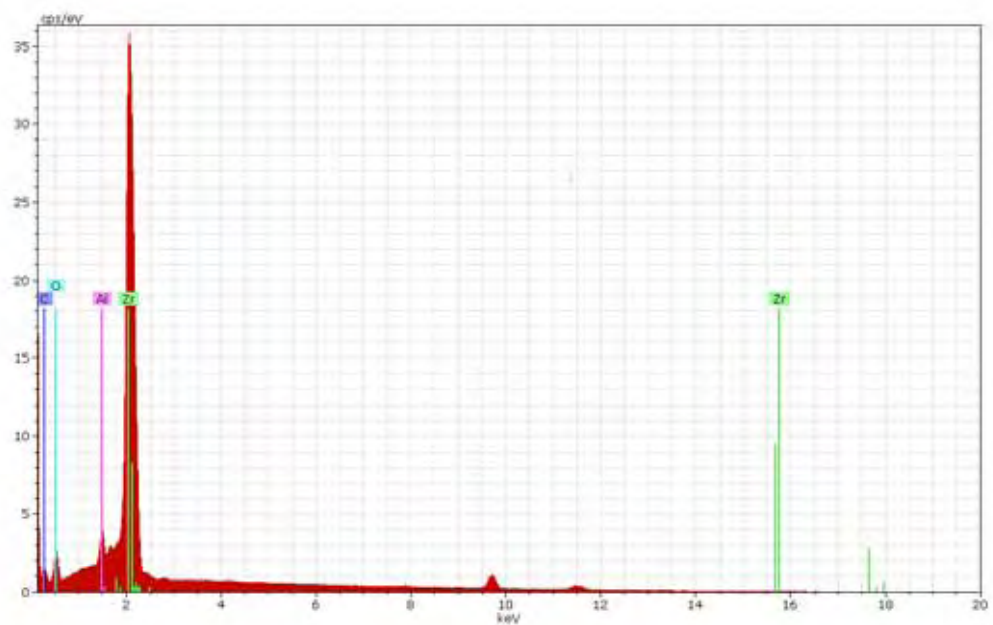


Figura 26 - Análise química em superfície tratada com óxido de alumínio recoberta com filme (HDMSO).

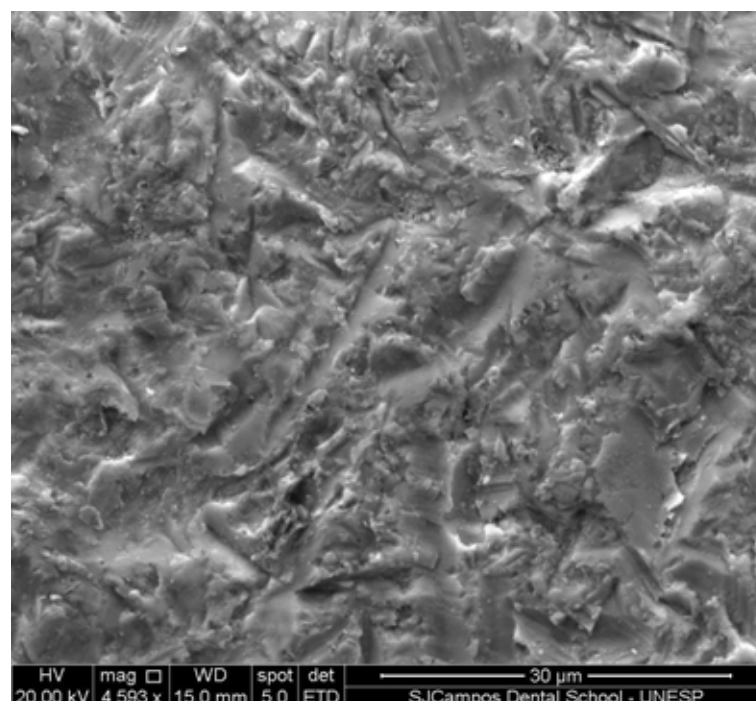


Figura 27 - Aspecto topográfico do substrato zircônia jateado óxido alumínio com filme aspecto da rugosidade promovida.

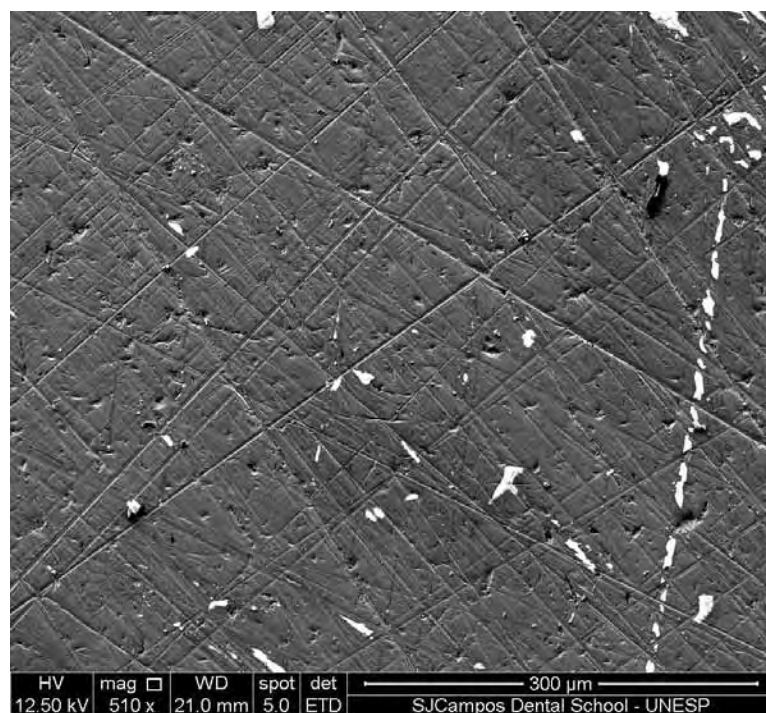


Figura 28 - Aspecto topográfico do substrato zircônia amostra polida sem filme.

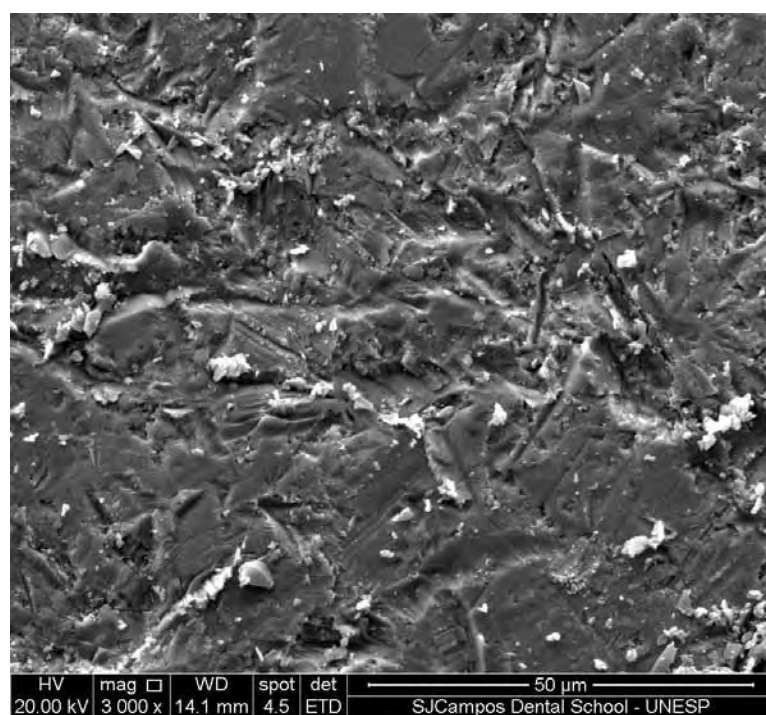


Figura 29 - Aspecto topográfico do substrato zircônia jateado óxido alumínio sem filme aspecto da rugosidade promovida.

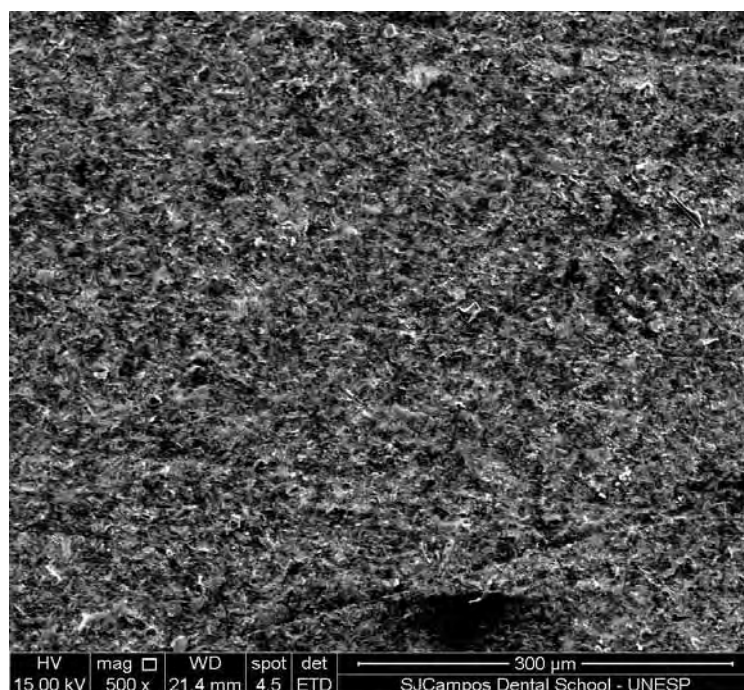


Figura 30 - Aspecto topográfico do substrato zircônia jateado comm Rocatec sem filme aspecto da rugosidade promovida.

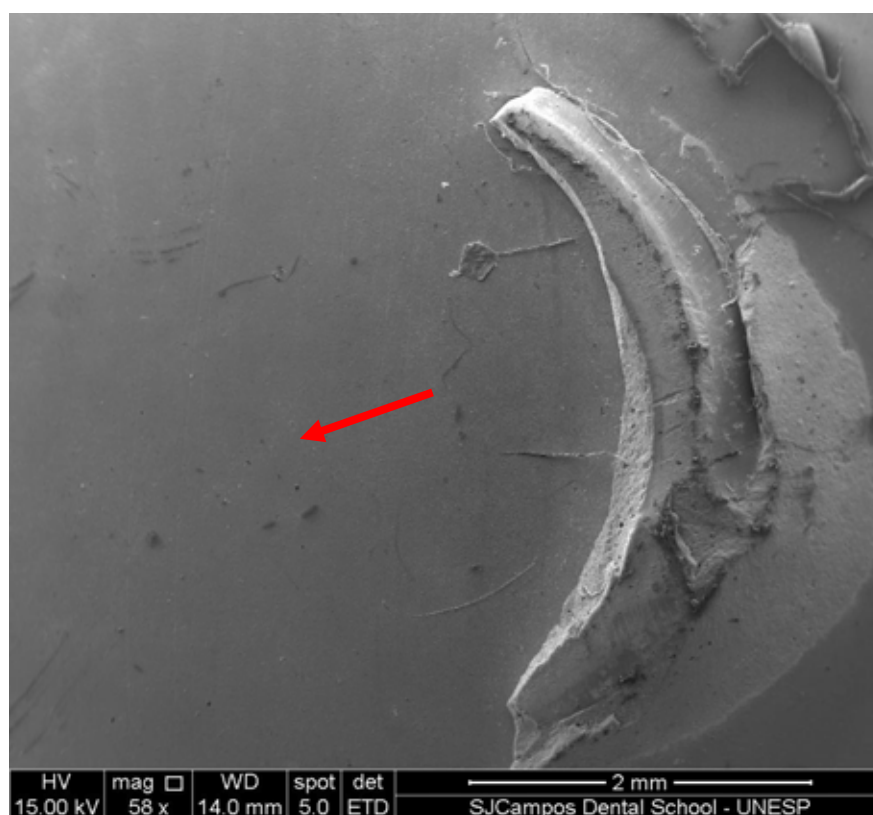


Figura 31- Amostra de um corpo de prova após teste de cisalhamento observar a boa aderência (seta), manutenção do filme sobre o substrato de zircônia.

6 DISCUSSÃO

Este estudo foi conduzido para determinar a influência de diferentes tratamentos de superfície em uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal (YTZP), na resistência de união com cimento resinoso. Sendo a superfície da cerâmica à base de (YTZP), uma forma inerte de pouca aderência química e baixa reatividade a uma grande dificuldade de uma boa adesividade necessária quando utilizada para fins de reabilitação protética odontológica, pondo sobre maneira o questionamento à durabilidade da restauração e assim a sua longevidade e sucesso do tratamento.

De acordo com os resultados obtidos e analisados estatisticamente, o tratamento de superfície utilizando plasma não foi efetivo quando comparados aos outros tipos de tratamentos testados não apresentando diferença significativa quando comparados com grupos com jateamento sendo óxido de alumínio e Rocatec, mas apresentando diferença significativa quando comparamos os grupos sem tratamento (polido).

Mesmo assim a comparação entre as pesquisas é difícil de ser realizada devido a este tipo de metodologia embora esteja já estabelecido na engenharia, mas quando transportamos a técnica para pesquisas odontológicas há poucos estudos na área. Existe uma gama enorme de modificações de parâmetros para ativação de superfície de

metais, semi-metais, mas quando se tratam de cerâmicas odontológicas principalmente cerâmicas a base de zircônia (ácido resistentes), há uma escassez de informações específicas no assunto, o que justifica a investida de novas pesquisas na área. Pois ainda não existe um protocolo de cimentação sedimentado e aceito pela comunidade científica para cimentação e modificação de superfície em cerâmicas a base de (YTZP) novos estudos se fazem necessários para melhor elucidar as melhores condições de cimentação neste tipo de cerâmica.

Apesar da modificação química em cerâmicas a base de zircônia ser um assunto extremamente recente na odontologia, Texeira et. al., 2009 afirmaram que as diferentes composições de filmes decorrentes da variação da taxa de oxigênio no plasma estão relacionadas com o processo de oxidação da superfície, pela ligação química do oxigênio ionizado com a camada mais externa da cerâmica. Íons pulverizados com o oxigênio ionizado presente no plasma reativo.

Em uma análise qualitativa sobre a cor do filme, em uma observação macroscópica (sem a utilização de aumentos), o filme apresentou características de cor (vidro espelhado), em estudo prévio de Miyazaki (2006).

Observando topograficamente os grupos recobertos com os filmes (G2,G4,G6), nota-se o íntimo contato destes ao substrato cerâmico pela ausência de espaço nas regiões de degrau observadas nas análises fraturadas (Figura 25) e ausência de brilho de borda nas imagens de MEV em algumas regiões (Figuras 17 e 21).

Analizando a integridade do filme após o processo de deposição, notou-se uma homogeneidade do filme a olho nu. Em observação em MEV (figuras 25 e 19), pode se observar a lisura do filme e sua topografia homogênea sobre o substrato.

Na análise de propriedades que podem interferir na resistência adesiva da cerâmica aos cimentos resinosos (rugosidade, ângulo de contato) foi mostrado que os tratamentos de superfície produziram resultados significativamente relevantes para todas as análises e parâmetros de rugosidade estudados (Tabela 6).

O filme não alterou o padrão de rugosidade da superfície onde foi depositado (Tabela 6 e Figura 31).

Como relatado no estudo (Wolfart et al., 2007), uma das razões principais para o uso do jateamento com partículas é o aumento da molhabilidade da superfície cerâmica à base de zircônia, corroborando com os resultados com um ângulo de contato G2 e para G4 com filme mostrando uma maior energia de superfície. Porém, observou-se um aumento da hidrofiliabilidade estatisticamente ainda mais significativa nos grupos onde houve um crescimento do filme sobre as superfícies adesivas da cerâmica à base de Y-TZP, constatada pela redução do ângulo, mesmo quando comparado ao grupo de cerâmica com superfície jateada (Figuras 19 e 20). A significativa melhora da molhabilidade sobre os filmes ocorreu devido às diferentes propriedades químicas destes quando comparados à cerâmica à base de Y-TZP. A diferença de eletronegatividade entre o átomo de zircônio (metal) e do silício (não metal) ajudam a explicar esse efeito. A ligação química no óxido de zircônia é predominantemente iônica,

promovendo um denso empacotamento das moléculas. A cerâmica apresenta microestrutura policristalina tendo o contorno de grão como área maior reatividade química pelo acúmulo de energia livre nesta região. A ligação química nos óxidos de silício é predominantemente do tipo covalente. A baixa temperatura e os demais parâmetros utilizados durante o processo de deposição conferem aos filmes uma microestrutura amorfa, apresentando maior energia livre em toda a sua superfície. O tipo de ligação e o plano cristalográfico têm influência nas propriedades de superfície, como molhabilidade e trabalho de adesão (Ashby, Jones, 1998).

Outras técnicas foram propostas na literatura para a incorporação de uma camada de cerâmica amorfa na região adesiva da infraestrutura cerâmica à base de zircônia pela aplicação de uma fina camada de *glaze* cerâmico (Kitayama et al., 2009; Ntala et al., 2010).

Como vantagens sobre a aplicação do *glaze* cerâmico, o crescimento de filmes pela técnica de deposição a plasma oferece a temperatura em que é realizado o processo de deposição e o controle de sua espessura. O controle da distância entre alvo e substrato, a potência da descarga elétrica, a pressão de trabalho da câmara de processos, o tempo de deposição, o fluxo dos gases que formarão o plasma entre outros parâmetros permitem prever com exatidão a espessura do filme sobre a infraestrutura cerâmica. Filmes uniformes de espessura nanométrica não provocariam a desadaptação clínica da infraestrutura sobre os dentes pilares. Além disto, o processo de deposição promoveu a cobertura da superfície de cerâmica à base de zircônia sem submetê-la a altas temperaturas. A

aplicação de uma camada de cerâmica amorfa em uma cerâmica à base de Y-TZP pelo processo de sinterização reduziu as propriedades mecânicas da cerâmica policristalina quando esta interface foi submetida a forças de tração (Hjerppe et al., 2010).

Como desvantagens da técnica de crescimento de filme estão o acesso ao treinamento e o custo para aquisição dos equipamentos (câmara de processo, bombas de vácuo, alvos, cilindros dos gases) para realização da deposição. A aplicação de *glaze* pelo método convencional (pincel ou *spray*) é uma técnica bem mais simples e hoje apresenta menor custo operacional para os laboratórios de próteses, porém com uso limitado pela redução das propriedades mecânicas da cerâmica de infraestrutura de cerâmica à base de Y-TZP.

6.1 Fator cimento resinoso

Em concordância com estudos prévios (Blatz et al., 2007; Oyague et al., 2009; Mirmohamadi et al., 2010), a escolha do cimento resinoso influencia nos resultados de resistência adesiva deste à cerâmica à base de Y-TZP, havendo ainda interação positiva com os demais fatores avaliados. Porém, pouca literatura há com relação a estudos verificando as diferenças químicas entre os atuais cimentos resinosos. Classicamente, os cimentos resinosos são divididos em autopolimerizáveis, fotopolimerizáveis ou com sistema dual de

polimerização (onde há influência de ambas as formas de ativação no processo de polimerização).

Em 2008, Radovic e colaboradores classificaram os cimentos resinosos de acordo com a prévia preparação do substrato dental, dividindo os cimentos em 3 categorias:

- a) Os cimentos resinosos que necessitam de um prévio condicionamento ácido;
- b) Os cimentos resinosos que utilizam previamente a ação de um *primer* acidulado;
- c) Os cimentos autoadesivos que não necessitam de prévio condicionamento da superfície dentária (ex. RelyX U100/3M ESPE);

Porém, esta classificação não se aplica á superfícies inorgânicas. Para este tipo de substrato, que tem como exemplo as cerâmicas policristalinas com ausência de uma fase amorfa (Y-TZP), uma nova classificação seria conveniente para os cimentos resinosos. Para uma melhor compreensão dos resultados apresentados, propomos a seguinte classificação para os cimentos resinosos:

- a) Convencionais: cimentos que não possuem monômeros adesivos na sua composição;
- b) Adesivos: cimentos que possuem monômeros adesivos na sua composição (ex. Panavia F; RelyX U100);

O problema conceitual é constatado quando cimentos como o Multilink e o Panavia F, que fazem parte do mesmo grupo de

cimentos resinosos pela classificação proposta por Rudovic e colaboradores, apresentam resultados estatisticamente diferentes para este tipo de substrato.

. Segundo Della Bona et al., 2009 A área adesiva consiste em: região de interface entre cimento resinoso e resina composta na qual ha uma interação molecular e união química, e, cimento resinoso e interface cerâmica que é o caso de nosso estudo. Da mesma forma consideramos área adesiva aquela em que há presença do cimento resinoso entre duas interfaces, no caso desta pesquisa, uma cerâmica a base de YTZP e outra de cimento resinoso

Com estes estudos no presente trabalho utilizamos o cimento resinoso autopolimerizavel Rely X U100/ 3M ESPE).

Estudos anteriores (Wolfart et al., 2007; Oyague et al., 2009), o cimento resinoso à base de BisGMA, com ausência de monômeros funcionais na sua composição química, apresentou total falha adesiva após ciclagem térmica quando nenhum método complementar para promover a adesão foi empregado. Como mostrado na revisão de literatura, a molhabilidade e a estabilidade da união são fatores importantes em interfaces adesivas.

De acordo com Mozner et al., 2001, os monômeros funcionais foram desenvolvidos para melhorar a resistência adesiva e a estabilidade de uma interface a degradação hidrolítica e são aplicados com sucesso nos sistemas adesivos autocondicionantes. Em 2008, Van Landuyt e colaboradores relatam que monômeros funcionais, entre outras funções, aumentam a molhabilidade de sistemas adesivos.

Em estudo publicado em 2008, Tsukakoshi e colaboradores demonstraram que a presença de monômeros funcionais em diversas marcas comerciais de cimentos adesivos (SuperBond C&B/SunMedical; Linkmax/GC; Panavia flurocement/Kuraray; Bistite II/Tukuyama; e Imperva dual/Shofu) foi importante na prevenção da microinfiltração marginal entre o cimento resinoso e a cerâmica à base de Y-TZP revelando maior poder de resistência à degradação hidrolítica dos cimentos resinosos adesivos quando comparados a um cimento resinoso convencional (RelyX Arc/3M ESPE).

Na presente dissertação, foi utilizado o cimento cuja a escolha se baseou em trabalhos anteriores que mostraram em seus resultados que não houve diferença estatística relevante entre o cimento Panavia F e cimento RelyX U100 e que este apresentou melhores resultados. De acordo com estudos que apontam uma melhor afinidade adesiva, mediante a aplicação prévia de um agente de união, entre o RelyX U100 e as cerâmicas à base de Y-TZP quando comparados ao Panavia F (Kumbuloglu et al., 2006; Nothdurft et al., 2009; Phark, 2009).

Porém, na pesquisa acima citada, foram usados diferentes parâmetros para a abrasão da superfície mediada pelo jateamento com partículas (partículas de alumina de 50 μm a 3,5 bar e a 10 mm de distância). Os cimentos resinosos foram fotopolimerizados e o método para envelhecimento da interface foi à armazenagem por 90 dias.

Estas diferenças nos protocolo do tratamento da superfície e no método de confecção dos corpos de prova podem ter

influenciado no tipo de fratura dos espécimes. Uma maior pressão durante o jateamento pode produzir a formação de maiores irregularidades na superfície cerâmica com vales mais profundos, como visto na revisão de literatura. Sendo a propriedade de molhamento do cimento resinoso RelyX U100 menor que a do Panavia F devido a sua alta viscosidade decorrente do maior tamanho de suas partículas inorgânicas (Mirmohammadi et al., 2010), seu escoamento para preencher as irregularidades formadas pós jateamento pode ter sido dificultada.

6.2 Fator tratamento de superfície

Os resultados estatísticos da presente pesquisa mostraram que os tratamentos de superfície utilizados interferiram significativamente nas médias de resistência adesiva ao cisalhamento, produzindo ainda interação com os demais fatores (Tabela 5).

Uma das limitações no uso das cerâmicas à base de zircônia para infraestrutura de próteses fixas é sua instável união na interface adesiva com cimentos resinosos (Oyague et al., 2009a). Para cerâmicas fel despáticas, pela presença do conteúdo amorfo em sua composição, protocolos de cimentação estão bem estabelecidos na literatura, proporcionando adequada retenção mecânica e química destas cerâmicas aos materiais poliméricos. Para isto, é recomendado o uso do silano sobre a superfície adesiva como agente de união para

um cimento resinoso após um prévio condicionamento da superfície com ácido fluorídrico (Bottino et al., 2009).

Devido à alta estabilidade química da microestrutura de cerâmicas policristalinas (ausência de fase amorfa), o tipo de ligação produzida pelo silano é instável e possui um auto potencial para degradação hidrolítica (Matinlinna et al., 2004) ocasionando falhas adesivas nesta interface. Mesmo o cimento com monômero adesivo, como o RelyX U100, não conseguem manter uma união estável com a cerâmica à base de zircônia quando esta superfície, sem um prévio aumento da rugosidade, é submetida a ensaios mecânicos após o seu envelhecimento (Wolfart et al., 2007; Özcan et al., 2008).

Clinicamente, é improvável o uso de uma infraestrutura de cerâmica à base de zircônia possuir sua interface adesiva com níveis de rugosidade apresentados pelos grupos polidos (G1 e G2). No entanto, como apresentado na revisão de literatura, o polimento reduziu o fator de rugosidade de Wenzel (r) a valores próximo a 1 pela aproximação dos valores macros e microscópicos da área da interface adesiva ($r = A/A_0$), diminuindo a energia de superfície pela redução dos possíveis sítios de ligação na superfície, evidenciando a adesão pelos mecanismos químicos de adsorção e eletrostático frente ao mecanismo de ancoragem mecânica nesta interface.

Desta forma, com relação às cerâmicas à base de zircônia, fica evidenciado que quimicamente os cimentos resinosos ficam aquém do exigido para o uso clínico dessas restaurações quando não associado a um prévio tratamento de superfície tendo, nestas circunstâncias, sua indicação restrita a situações clínicas onde a

adesão é um fator pouco relevante, sendo a retenção das reabilitações protéticas dadas principalmente pela conformação anatômica e inclinação das paredes do preparo do elemento dentário.

Quando indicada dentro dos parâmetros citados, a taxa de sucesso com relação ao deslocamento da prótese é alta e nos casos onde houve perda de retenção, os autores relatam terem cimentado novamente as próteses com sucesso clínico acompanhado durante o período da pesquisa clínica (2 a 5 anos). Utilizando Panavia F/Kuraray (cimento resinoso adesivo), uma reabilitação de três elementos foi deslocada após 12 meses (Molin, 2008). Para o cimento à base de fosfato de zinco, duas reabilitações de 3 elementos (17 e 32 meses) perderam a retenção (Tinschert et al., 2008). Para o cimento resinoso Variolink/Ivoclar (cimento convencional), uma reabilitação de 4 elementos foi deslocada após 33 meses de uso clínico (Sailer et al., 2007). Com o uso de cimento à base de ionômero de vidro Ketac Cem/3M Espe, uma reabilitação de 3 elementos foi deslocada após 38 meses (Beuer et al., 2009). Porém, o período de acompanhamento destes trabalhos não ultrapassou 5 anos de uso clínico e os trabalhos foram todos utilizando preparos dentário para coroas totais.

Na situação clínica onde um preparo dentário recebeu uma restauração parcial, um estudo revelou que 6 de 30 reabilitações utilizando preparos parciais do tipo *inlay* foram deslocados antes do 1 ano de uso clínico, mesmo realizando o tratamento da superfície adesiva da infraestrutura cerâmica com o jateamento de partículas de alumina revestida com sílica (Rocatec/3M Espe) com posterior silanização (Monobond S/Ivoclar). A perda de retenção neste primeiro

ano (n=6, 20%) ocorreu com maior frequência que o lascamento da cerâmica de cobertura (n=1, 3%) (Ohlmann et al., 2008), falha mais encontrada nos estudos que utilizaram infraestrutura de zircônia em reabilitações sobre preparos para coroas totais (Al-Amleh et al., 2010). O estudo alerta para o risco de insucesso quando o uso de infraestrutura à base de zircônia que são usadas em reabilitações onde os retentores recebam preparos do tipo parcial, onde a retenção seria atribuída apenas a processos químicos (Ohlmann et al., 2008). Assim, com o objetivo de promover retenção adesiva do tipo química a cerâmica à base de Y-TZP, a busca por um agente de união compatível com os diversos sistemas de cimentos resinosos e o substrato cerâmico de zircônia é foco de diversas pesquisas (Matinlinna et al., 2006; Aboushelib et al., 2009). Porém, os dados mostrados por todos esses grupos ainda são abaixo do esperado para obter resistência adesiva clinicamente aceitável.

Para melhorar os resultados de resistência adesiva, alguns autores preconizam o uso do jateamento com partículas visando melhorar a eficácia clínica dos cimentos resinosos (Blatz et al., 2007; Della Bona et al., 2007; Özcan et al., 2008; Tanaka et al., 2008). É mostrado na literatura que a utilização de um agente de união associado ao jateamento com partículas melhora a resistência adesiva na interface entre as cerâmicas à base de Y-TZP e os cimentos resinosos (Kitayama et al., 2010; Magne et al., 2010). Os resultados deste estudo corroboram com a literatura (Figuras 13 e 5 e Tabela 5).

Vários benefícios proporcionados pelo protocolo executado de tratamento de superfície utilizando o jateamento com

partículas de óxido de alumina foram constatados quando essa superfície jateada é comparada com a superfície polida. Dentre as características modificadas pelo jateamento que melhoraram os resultados de resistência adesiva, em conformidade com a revisão de literatura, estão:

- a) O aumento da rugosidade média (Tabela 6);
- b) A formação de vales mais profundos (Figuras 28 a 31);
- c) Melhora na molhabilidade (Figura 19);

O aumento da rugosidade média (Ra) associada à formação de vales e picos discrepantes (Rz) facilitou a adesão pelo mecanismo de ancoragem mecânica, aumentam a molhabilidade e o trabalho de adesão. A análise do parâmetro de rugosidade (Tabela 6) constatou uma maior área de superfície para o G6 e G4 o que aumenta a energia da superfície por aumentar os números de sítios disponíveis para a união química com o agente de união (Kern et al., 2009) e por modificar a estrutura cristalográfica de tetragonal para monoclinica. A zircônia monoclinica, presente na superfície cerâmica à base de Y-TZP após o jateamento com partículas, possui maior energia de superfície quando comparada à zirconia tetragonal (Castro, 2003).

Em estudo *in vitro* sobre os efeitos do tratamento de superfície em cerâmica à base de Y-TZP publicado em 2010, Kitayama e colaboradores utilizaram os parâmetros de 5 bar de pressão durante 5 s a 10 mm de distância da superfície cerâmica para o jateamento com partículas de alumina de 50 μm e mostraram que, mediante ao uso prévio de um agente de união contendo monômeros

funcionais, houve um aumento na resistência adesiva inicial de diferentes cimentos resinosos à superfície de cerâmica à base de Y-TZP além de produzir efeitos sobre o tipo de falha, diminuindo a incidência de fratura adesiva em detrimento do aumento da incidência de falhas com fratura coesiva de cimento.

As vantagens dessa técnica (jateamento com partículas) são as facilidades de emprego, podendo ser realizado clinicamente, e o baixo custo para obtenção de bons resultados. Porém, diversos autores discutem o custo-benefício do jateamento pelos possíveis danos provocados na infraestrutura de zircônia quando este é realizado na interface adesiva (região de tração), podendo produzir trincas na sua superfície (Kosmac et al., 2000) e afetar a suas propriedades mecânicas sob condição de fadiga (Zhang et al., 2006).

Desta forma, o protocolo ideal para o tratamento da zircônia permanece aberto na literatura e a busca por um agente de união, ou ainda um método clínico ou laboratorial que promova uma adesão estável nesta interface é fruto de diversos estudos (Lohbauer et al., 2011; Aboushelib et al., 2009; Cavalcanti et al., 2009; Kitayama et al., 2010). Novos estudos recentes do grupo utilizam a deposição a plasma de um filme a base de cloro-silano como tratamento de superficial em YTZP na tentativa de tornar esta superfície mais reativa ao cimento resinoso e melhorar sua adesão (Piascik et al., 2009).

Na presente pesquisa, foi estudada o efeito de um filme à base de HMDSO e oxigênio na resistência adesiva a um cimento resinoso e uma cerâmica à base de zircônia. Os resultados mostraram que a presença do filme (G1, G4 e G6) não alterou os padrões

topográficos da superfície (Figuras 28 a 31, Tabela 6), melhorando ainda as propriedades superficiais de molhabilidade e de trabalho de adesão (Tabelas 6 e Figuras 19 e 20). A espessura nanométrica dos filmes depositados (Figuras 26 e 27), não teria influência clínica na cor da cerâmica estética (feldpática), tão pouco na adaptação das infraestruturas cerâmicas nos dentes pilares. Ainda, melhoraram a adesão entre o cimento resinoso e a cerâmica de Y-TZP polida sem submeter esta cerâmica a altas temperaturas.

Os resultados apresentados referem-se à resistência adesiva em uma área geométrica (círculo) macroscopicamente igual com diâmetro de 2,4µm. Ainda, foi visto na revisão de literatura que pequenos aumentos na rugosidade da superfície podem exercer grande influência nos resultados de resistência adesiva, não apenas pela modificação física e química da cerâmica, mas também pela modificação dos padrões de distribuição das tensões durante o processo de descolamento nesta interface. A transformação da área decorrente do aumento da rugosidade em uma superfície plana anularia o efeito de ancoragem mecânica e modificaria a distribuição da força durante o ensaio. Assim, os resultados demonstram um grande potencial nos nanofilmes depositados a plasma na modificação das propriedades químicas da superfície de cerâmicas à base de zircônia.

Clinicamente, as superfícies de zircônia sinterizada após o desgaste por brocas no sistema CAD/CAM possuem maior rugosidade que as superfícies onde foram crescidos os filmes para análise de resistência adesiva nesta dissertação. Este aumento na rugosidade

tenderia a melhorar a adesão na interface filme/cerâmica que, aparentemente, é a adesão mais frágil nesta interface de multicamadas.

O desenvolvimento e utilização deste filme nesta dissertação foram baseados na hipótese de que a insaturação das ligações de HMDSO e oxigênio no filme promoveria uma melhor adesão ao agente de união silano, aumentando a reatividade do filme, melhorando a resistência adesiva aos cimentos resinosos. Porém, não obtivemos resultados com diferença estatística significativa entre os grupos com jateamento com e sem filme, mas foi observado que após o teste de cisalhamento tivemos a manutenção do filme na interface zircônia filme dando chance assim para novos estudos com este filme e possíveis modificações nos parâmetros de deposição.

De qualquer forma, para as condições projetadas nesta dissertação os grupos que obtiveram os melhores resultados de resistência adesiva (grupos jateados com óxido alumínio), apresentaram uma diferença estatística após o envelhecimento dos espécimes (Tabela 5). Este resultado sugere uma maior estabilidade química à hidrólise da união entre o filme e silano quando comparado à cerâmica à base de zircônia jateada. Isto é facilmente suportado pela literatura que demonstra a grande afinidade química do silano por óxidos de silício presentes na fase vítrea de cerâmicas feldspáticas (Özcan et al., 2004).

Além da compatibilidade química com os agentes de união silano, os filmes à base de silício produziram um aumento da energia de superfície (Figuras 19 e 20) evidenciado pelo menor ângulo de contato sobre esta superfície, mesmo com valores bem inferiores

aos apresentados pelos grupos onde a superfície foi tratada com jateamento de partículas de alumina para todos os parâmetros de rugosidade avaliados (Ra, Rz).

Assim, vales podem não ser completamente preenchidos, aprisionando vazios no seu interior, servindo como pontos de tensão para início da fratura podendo, ainda, modificar o seu padrão de falha de uma fratura do tipo mista para uma adesiva. Bolsões de oxigênio aprisionados na interface também podem cooperar para uma redução da polimerização dos cimentos resinosos (Behr et al., 2000). Em 2009, para estudo publicado por Oyague e colaboradores, foi encontrado o mesmo padrão de fratura apresentado por Mirmohamadi em 2010. As limitações para comparação dos resultados com o estudo de Oyague são semelhantes as do estudo de Mirmohamadi. Os parâmetros utilizados por Oyague e colaboradores para o tratamento da superfície com o jateamento de partículas de alumina de 125 μm foram de uma pressão variando entre 4 a 7 bar durante 10 s a 5 mm de distância entre amostra e microjateador. Adicionalmente, um agente de união fora utilizado previamente ao cimento resinoso contendo monômero funcional denominado MDP (Clearfill Esthetic Cement/Kuraray), procedimento não repetido para os demais cimentos resinosos (RelyX Unicem/3M; Calibra/Dentsply). Um fato importante a se observar é que no estudo de Mirmohamadi, quando utilizado o Multilink automix (versão autoadesiva do cimento Multilink), não houve diferença estatística para os resultados de resistência adesiva ao cisalhamento quando este cimento foi comparado ao RelyX Unicem e ao Panavia F.

A diferença entre os resultados dos diferentes tipos de cimento pode ser atribuída, entre outros fatores, a diferença dos monômeros funcionais presentes nos cimentos adesivos. A diferença estrutural entre moléculas monoméricas pode influenciar nos resultados de resistência adesiva (Van Luduyt et al., 2008).

O tratamento da superfície interna das restaurações a base de cerâmica (YTZP), se faz necessário uma vez que a mesma sem os tratamentos aja visto o grupo polido sem tratamento (tabela 05), os resultados de resistência adesiva ficam muito a desejar já com os tratamentos de superfície seja com Óxido de Alumínio ou com sistema Rocatec Plus (3M/ESPE), os valores se equiparam como mais altos. Ficando assim a recomendação em acordo com a literatura para cerâmica a base de YTZP o tratamento de superfície recomendado com jateamento antes da cimentação adesiva.

7 CONCLUSÃO

Baseando se nos resultados obtidos deste trabalho o estudo apresenta ter relevância científica no estudo entre tratamentos de superfície assim como tentativa de modificações químicas em cerâmicas ácidos resistentes estabilizadas com ítrio (YTZP).

De acordo com análise realizada podemos concluir que:

- a) O tratamento de superfície, com filme produzido por plasma contendo hexametilsiloxano em forma de vapor (HMDSO), não produziu melhores valores de resistência adesiva pelo método de cisalhamento tipo faca quando comparado ao padrão ouro de jateamento com sistema Rocatec (3M/ESPE);
- b) Para o filme obtido por plasma verificou que devem ser feitos novos estudos quanto as suas características e parâmetros de deposição, porque quando comparamos os grupos com e sem filme com o mesmo tratamento, as médias sem filme permanecem com diferença estatística maiores para o grupo com filme;

- c) O filme utilizado por sua vez se mostrou com boa aderência a superfície do substrato a base de zircônia quando este foi submetido ao teste de cisalhamento. Análise em MEV comprova o não destacamento do filme estudado e análise por EDS apresenta sua composição química em cromatograma;

REFERÊNCIAS

Abo-Hamar SE, Federlin M, Hiller KA, Friedl KH, Schmalz G. Effect of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin. *Dent Mater.* 2005;21(9):794-803.

Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater.* 2008;24(9):128–72.

Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil.* 2010;37(8):641-52.

Amaral R, Ozcan M, Valandro LF, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2008;85(1):19

Anusavice KJ. *Philips`Science of Materials* . 11.ed. St Louis: Saunders; 2003

Ashby MF, Jones DRH. *Engineering materials 2: an introduction to microstructures, processing, and design.* Oxford: Butterworth-Heinemann; 1998.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html]

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent*. 2006;95(6):430-6.

Ban S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Jap Dent Sci Rev*. 2008;44(1):3-21.

Behr M, Rosentritt M, Lang R, Handel G. Flexural properties of fiber reinforced composite using a vacuum/pressure or a manual adaptation manufacturing process. *J Dent*. 2000;28(7):509–14.

Belli R, Baratieri LN, Braem M, Petschelt A, Lohbauer U. Tensile and bending fatigue of the adhesive interface to dentin. *Dent Mater*. 2010;26(12):1157-65.

Benetti P, Pelogia F, Valandro LF, Bottino MA, Bona AD. The effect of porcelain thickness and surface liner application on the fracture behavior of a ceramic system. *Dent Mater*. 2011;27(9):948-53.

Beuer F, Edelhoff D, Gernet W, Sorensen J. Three-year clinical prospective evaluation of zirconia-based posterior fixed dental prostheses (FDPs). *Clin Oral Investig*. 2009;13(4):445–51.

Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*. 2007;38(9):745-53.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89(3):268-74

Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang BR. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent*. 2004;91(4):356-62.

Bonifazi D, Nacci C, Marega R, Campidelli S, Ceballos G, Modesti S, et al. Microscopic and spectroscopic characterization of paintbrush-like single-walled carbon nanotubes. *Nano Lett*. 2006;6(7):1408-14.

Bottino MA, Faria R, Valandro LF. Percepção: estética em próteses livre de metal em dentes naturais e implantes. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prost*. 2005;18(1):60-65.

Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dental Materials*. 2007;23(11):1323–31.

Castro RHR, Gouveia D. Study of the influence of the Mn ion on the $\gamma \rightarrow \alpha$ alumina phase transition. *Cerâmica*. 2003;49(309):55-60.

Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodríguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. *Dent Mater*. 2007;23(1):100-5.

Cesar PF, Faara PMM, Caldart RM, Jaeger RG, Ribeiro FC, Tensile bond strength of composite repairs on artglass using different surface treatments. *Am J Dent*. 2001;14(6):373-7.

Chen F, Kitai AH. Growth of nanoporous silicon dioxide thin films using porous alumina substrates. *Thin Solid Films*. 2008;517(2):622–25.

Chevalier J. What future zirconia as a biomaterials? *Biomaterials*. 2006;27(4):535-43.

Conrad HJ, Seong W, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. *J Prost Dent*. 2007;98(5):389-404.

Cruz NC. Propriedades estruturais e ópticas de filmes finos de óxido de titânico depositados por PECVD [tese]. Campinas: UNICAMP; 1999.

Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res*. 2007;21(1):10-15.

Della Bona A. Important aspects of bonding resin to dental ceramics. *J Adhn Sci Techno*. 2009;23(7):1163-79.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008;24(3):299–307.

Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater.* 2005;21(12):1158–62.

Dub SN, Novikov NV, Voronkin MA, Lupich IN, Malogolovets VG, Maslyuk BA. Transition from polymer-like to diamond-like a-C:H films - Structure and mechanical properties. *Diamond Rel. Mater.* 1997;6(5):574.

El-Mowafy OM, Milenkovic M. Retention of paraposts cemented with dentin-bonded resin cements. *Oper Dent.* 1994; 19(5):176-82.

El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent.* 1999;24(1):38-44.

El-Mowafy OM, Rubo MH. Influence of composite inlay/onlay thickness on hardening of dual-cured resin cements. *J Can Dent Assoc.* 2000;66(3):147

Federlin M, Schmidt S, Hiller KA, Thonemann B, Schmalz G. Partial ceramic crowns: influence of preparation design and luting material on internal adaptation. *Oper Dent.* 2004;29(5):560-70.

Federlin M, Thonemann B, Hiller KA, Fertig C, Schmalz G. Microleakage in class II composite resin restorations: application of a clearing protocol. *Clin Oral Investig.* 2002;6 (2):84-91.

Ferracane JL, Matsumoto H, Okabe T. Time-dependent deformation of composite resins--compositional considerations. *J Dent Res.* 1985;64(11):1332-6.

Fracassi F, D'Agostino R, Palumbo F, Angelini E, Grassini S, Rosalbino F. Application of plasma deposited organosilicon thin films for the corrosion protection of metals. *Surface Coatings Technology*. 2003;174():107-111.

Fradeani M, Redemagni M. An 11 year clinical evaluation of leucite-reinforced glass crowns: a retrospective study. *Quintessence Int*. 2002; 33(7):503-510.

Fradeani M. Evaluation of dentolabial parameters as part of a comprehensive esthetic analysis. *Eur J Esthet Dent*. 2006;1(1):62-9.

Freire JR F L. Amorphous hydrogenated carbon films: effects of nitrogen and fluorine incorporation on the film microstructure and mechanical properties: a review. *Non-Crystalline Solids*. 2002;304:251.

Giordano R. Materials for chairside CAD/CAM-produced restorations. *J Am Dent Assoc*. 2006;137:14S-21S.

Groten M. Complete esthetic and functional rehabilitation with adhesively luted all-ceramic restorations--case report over 4.5 years. *Quintessence Int*. 2007;38(9):723-31.

Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater*. 2005; 21(5):454-63.

Hasegawa T, Retief DH. Shear bond strengths of two commercially available dentine-amalgam bonding systems J Dent. 1996; 24 (6):449-52.

Hjerppe J, Fröberg K, Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of heat treatment and feldspathic glazing on some mechanical properties of zirconia. Silicon. 2010;2(3):171-8.

Hochman N, Zalkind M. New all-ceramic indirect post-and-core system. J Prosthet Dent. 1999;81(5):625-9.

Jackson BD, Herman PR. Vacuum-ultraviolet pulsed-laser deposition of silicon dioxide. Appl Surf Scien. 1998;127(29):595-600.

Jivraj SA. Material selection in restorative dentistry. J Calif Dent Assoc. 2006;34(2):115-6

Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. Dent Mater. 2008;24(3):289-98.

Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. J Dent Res. 2009;88(9):817-22.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater. 1998;14:64–71.

Kitayama S, Nikaido T, Maruoka R, Zhu L, Ikeda M, Watanabe A, et al. Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zirconia ceramics. Dent Mater J. 2009;28(4):446-53.

Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010;26(5):426-32.

Komine F, Kobayashi K, Saito A, Fushiki R, Koizumi, Matsumura H. Sherar bond strength between an indirect composite veneering material and zirconia ceramics after thermocycling. *J Oral Sci*. 2009;51(4):629-634.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP. *Dent Ceram. J Biomed Mater Res (Appl Biomater)*. 2000;53(4):304-13.

Külünk S, Saraç D, Külünk T, Karakaş O. The effects of different desensitizing agents on the shear bond strength of adhesive resin cement to dentin. *J Esthet Restor Dent*. 2011;23(6):380-7

Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont*. 2004 ;17(3):357-63.

Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallitu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent*. 2006;31(2):248-55.

Kuo DH, Chienc H. Growth and properties of sputtered zirconia and zirconia-silica thin films. *Thin Solid Films*. 2003; 429(1): 40-45.

Lee YH, Lee JH, Kim DS, Farouk B. Mechanical properties of a-C:H and a-C:H/SiO_x nanocomposite thin films prepared by ion-assisted plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Thin Solid Films*. 1996;280(1):204-10.

Lei CH, Van Tendeloo G, Siegert M, Schubert J, Buchal C. Structural investigation of the epitaxial yttria-stabilized zirconia films deposited on silicon by laser ablation. *J Cryst Growth*. 2001;222:558-64.

Lieberman MA. Handbook of plasma immersion ion implantation and deposition. New York: Anders A; 2000.

Liu X, Huang A, Ding C, Chu PK Bioactivity and cytocompatibility of zirconia (ZrO₂) films fabricated by cathodic arc deposition. *Biomaterials*. 2006;27(21):3904-11.

Lohbauer U, Krämer N, Siedschlag G, Schubert EW, Lauerer B, Müller FA, et al. Strength and wear resistance of a dental glass-ionomer cement with a novel nanofilled resin coating. *Am J Dent*. 2011;24(2):124-8.

Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res*. 2002;81(7):487-91.

Manicone PF, Iommetti PR, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007;35(11):819-26.

Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater.* 2010;26(4):345-52.

Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater.* 2010;26(2):e11-e16.

Matinlinna JP, Heikkinen T, Özcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater.* 2006;22(9):824-31.

Matinlinna JP, Lassila LVJ, Özcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont.* 2004;17(2):155-64.

Mirmohammadi H, Aboushelib MNM, Salameh Z, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dent Mater.* 2010;26(8):786-92.

Miyazaki H, Goto T. SiO_x films prepared using RF magnetron sputtering with a SiO target. *J Non-Crystal Solids.* 2006;352(4):329-33.

Molin MK, Karlsson SL. Five-year clinical prospective evaluation of zirconia-based Denzir 3-unit FPDs. *Int J Prosthodont.* 2008;21:223-7.

Morosoff N, D'agostino R. Plasma deposition, treatment and etching of polymers. New York: Academic Press; 1990.

Moszner N, Zeuner F, Pfeiffer S, Schurte I, Rheinberger V, Drache M. Synthesis, radical polymerization and adhesive properties of

hydrolytically stable phosphonic acid monomers. *Macromol Mater Eng.* 2001;286:225-31.

Nagano K, Tanoue N, Atsuta M, Koizumi H, Matsumura H. Effect of noble metal adhesive systems on bonding between an indirect composite material and a gold alloy. *J Oral Sci.* 2004; 46(4): 235-9.

Nakamura S, Yoshida K, Kamada K, Atsuta M. Bonding between resin luting cement and glass infiltrated alumina-reinforced ceramics with silane coupling agent. *J Oral Rehabil.* 2004;31(8):785-9.

Ntala P, Chen X, Niggli J, Cattell M. Development and testing of multi-phase glazes for adhesive bonding to zirconia substrates. *J Dent.* 2010 Oct;38(10):773-81.

Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Invest.* 2009;13(2):229-35.

Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater.* 2009;25(3):392-9.

Oberländer H, Friedl KH, Schmalz G, Hiller KA, Kopp A. Clinical performance of polyacid-modified resin restorations using "softstart-polymerization". *Clin Oral Investig.* 1999 Jun;3(2):55-61.

Ohring M. *The materials science of thin films.* London: Academic Press; 1992.

Ohlmann B, Rammelsberg P, Schmitter M, Schwarz S, Gabbert O. All-ceramic inlay-retained fixed partial dentures: preliminary results from a clinical study. J Dent. 2008;36(9):692-6.

Oliveira Júnior MS. Tratamento superficial de elastômeros EPDM por processos a plasma de micro-ondas [tese]. São José dos Campos: Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA; 2009.

Oliveira LC. Efeitos de tratamentos a plasma na limpeza e na reatividade de aços carbono. [dissertação]. Sorocaba: Faculdade de Ciências: UNESP- Univ Estadual Paulista; 2008.

Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. Dent Mater. 2009;25(3):392-9.

Özcan M, Kerkdijk S, Valandro LF. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. Clin Oral Invest. 2008;120:279-82.

Özcan M, Mantilina JP, Vallittu PK, Huysmans MC. Effect of drying time of 3-methacriloxypripil-trimethoxysilane on the shear bond strength of a composite resin to silica-coated base/noble alloy. Dent Mater. 2004;20(6):586-90.

Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with

mdp functional monomer to zirconia after thermal aging. Dent Mat J. 2008;27(1):99-104.

Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater. 2003;19(8):725-31.

Ozyesil AG, Usumez A, Gunduz B. The efficiency of different light sources to polymerize composite beneath a simulated ceramic restoration. J Prosthet Dent. 2004;91(2):151-7

Park HJ, Meyer J, Roth S, Skákalová V. Growth and properties of few-layer graphene prepared by chemical vapor deposition. Carbon. 2010;48(4):1088-1094.

Peters AD, Meiers JC. Effect of polymerization mode of a dual-cured resin cement on time-dependent shear bond strength to porcelain. Am J Dent. 1996;9(6):264-8.

Phark JH, Duarte S, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. J Prosthet Dent. 2009;101(1):29-38.

Piasek JR, Swift EJ, Braswell K, Stoner BR. Surface fluorination of zirconia: adhesive bond strength comparison to commercial primers. Dent Mater. 2012;28(6):604-8

Piasek JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. Dent Mater. 2009;25(9):1116-21.

Piasek JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dent Mater.* 2011;27(5):99-105.

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent.* 2005;30(3):382-8.

Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, et al. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012; 28(2):189-96.

Queiroz JR, Souza RO, Nogueira Junior L Jr, Ozcan M, Bottino MA. Influence of acid-etching and ceramic primers on the repair of a glass ceramic. *Gen Dent.* 2012;60(2):79-85.

Queiroz JRC, Benetti P, Massi M, Junior L N, Della Bona A. Effect of multiple firing and silica deposition on the zirconia porcelain interfacial bond strength. *Dent Mat.* 2012; 28(7):500-1.

Radovic I, Mazzitelli C, Chieffi N, Ferrari M. Evaluation of the adhesion of fiber posts cemented using different adhesive approaches. *Eur J Oral Sci.* 2008;116(6):557-63.

Sadan A, Blatz MB, Lang B. Clinical considerations for densely sintered alumina and zirconia restorations: part 2. *Int J Periodontics restorative Dent.* 2005;25(4):343-9

Scharader ME. Effect of adsorbed vapor on liquid-solid adhesion. In: Mittal KL (editor). Contact angle, wettability and adhesion. Boston: VSP; 2003.

Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. J Prosthet Dent. 2004;91(5):453-8.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. Biomaterials. 2002;23(8):1819-29.

Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. Dent Mater. 2000;16(4):292-6.

Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, et al. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. Dent Mater. 2011;27(8):779-85.

Soares FZM. Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacionais e importados: resistência de união à dentina, Resistência à tração e micromorfologia [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2007

Sorensen J A, Munkgaard EC. Interfacial gaps of resin cemented ceramic inlays. Eur J Oral Sciences 1995 Abr;103(2):116-120.

Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res*. 2008;87(7):666-70.

Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater*. 2000;16(3):180-7.

Taskonak B, Borges GA, Mecholsky JJ Jr, Anusavice KJ, Moore BK, Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *J Dent Mater*. 2008;24(9):1149-55.

Teixeira EC, Piascik JR, Stoner BR, Thompson JY. Zirconia-parylene multilayer thin films for enhanced fracture resistance of dental ceramics. *Proc Inst Mech Eng H*. 2009;223(7):897-902.

Terzergil A, Lassila LVJ, Vallittu P K. Composite – composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J Dent*. 2003;31(8):521-5.

Tinschert J, Schulze KA, Natt G, Latzke P, Heussen N, Spiekermann H. Clinical behavior of zirconia-based fixed partial dentures made of DC-Zirkon: 3-year results. *Int J Prosthodont*. 2008;21(3):217-22.

Thompson YJ, Stoner RB, Piascik RJ, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mat*. 2011;27(1):71-82.

Toku H. Produção de filmes finos cristalinos de TiO₂ em processos assistidos por plasma. [tese]. São Jose dos Campos: Instituto Tecnológico da Aeronáutica; 2007.

Tsukakoshi M, Shinya A, Gomi H, Lassila LV, Vallittu PK, Shinya A. Effects of dental adhesive cement and surface treatment on bond strength and leakage of zirconium oxide ceramics. *Dent Mat J*. 2008;27(2):159-71.

Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, et al. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res*. 2008;87(8):757-61.

Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont*. 2007;20(1):70-2.

Valandro LF, Özcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Della Bona A. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adh Dent*. 2006;8(3):175-81.

Vallittu PK, Kurunmäki H. Bond strength of fibre-reinforced composite to the metal surface. *J Oral Rehabil*. 2003;30(9):887-92.

Van Noort R, Noroozi. S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*. 1989;17(2):61-7.

Yang B, Wolfart S, Scharnberg M, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Influence of contamination on zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2007;86(8):749-53

Wegner S, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial conditions on ceramic-composite bond strength. *Int J Prost*. 2002;15(3):267-72.

Wolfart S, Ludwig K, Uphaus A, Kern M. Fracture strength of all-ceramic posterior inlay-retained fixed partial dentures. *Dent Mater*. 2007 Dec;23(12):1513-20.

Yasuda H. Plasma polymerization. Nova York: Academic Press; 1985.

Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Thompson VP, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prost*. 2006;19(5):442-48.

APÊNDICE.

Tabela com medidas de rugosidade.

Amostras	Ra (µm)	Rz (µm)
POLIDO SEM FILME	0,11	1,0
	0,07	0,6
	0,06	0,5
	0,05	0,7
	0,08	1,5
	0,05	0,5
POLIDO COM FILME	0,13	1,6
	0,13	1,2
	0,12	1,7
	0,08	0,8
	0,09	1,0
	0,08	0,8
Óxido Alumínio AL₂O₃	0,31	6,1
	0,23	2,5
	0,27	3,1
	0,28	5,9
	0,24	2,9
	0,27	2,1
Rocatec	0,12	1,6
	0,14	1,8
	0,17	2,7
	0,21	2,9

0,18	2,5
0,17	2,3
