



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

SABRINA ALVES FEITOSA

**CARACTERIZAÇÃO DE UMA CERÂMICA 3Y-TZP E
AVALIAÇÃO DO EFEITO DE TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE NA ADESÃO DA CERÂMICA AO GLAZE OU
CIMENTO RESINOSO**

2015

SABRINA ALVES FEITOSA

**CARACTERIZAÇÃO DE UMA CERÂMICA 3Y-TZP E AVALIAÇÃO DO
EFEITO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA ADESÃO DA
CERÂMICA AO GLAZE OU CIMENTO RESINOSO**

Tese apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese dentária.

Nome do orientador: Marco Antonio Bottino

São José dos Campos

2015

Apresentação gráfica e normatização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para
Normalização de Trabalhos Acadêmicos do ICT. Rev. São José dos
Campos: ICT/UNESP; 2014.

Feitosa, Sabrina Alves

Caracterização de uma cerâmica 3Y-TZP e avaliação do efeito de
tratamentos de superfície na adesão da cerâmica ao glaze ou cimento
resinoso / Sabrina Alves Feitosa. - São José dos Campos : [s.n.],
2015.

105 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em
Odontologia Restauradora - Instituto de Ciência e Tecnologia de São
José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 2015.

Orientador: Marco Antonio Bottino.

1. Cisalhamento. 2. Tração. 3. Zircônia. 4. Glaze. 5. Scratch
test. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Instituto de Ciência e
Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista.
III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho'. IV.
UNESP - Univ Estadual Paulista. V. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Achille Bassi e Seção Técnica de Informática,
ICMC/USP com adaptações - STATi e STI do ICT/UNESP. Dados fornecidos pelo autor.

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, 12 de fevereiro de 2015
E-mail: sabri_af@hotmail.com

Assinatura: _____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Tit. Marco Antonio Bottino (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro Soares

Faculdade de Odontologia
UFSM – Universidade Federal de Santa Maria

Prof. Adj. Paulo Francisco César

Faculdade de Odontologia
USP - Universidade de São Paulo

Prof. Dr. Valter Ussui

CCTM - Centro de Ciência e Engenharia de Materiais
IPEN - Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares

São José dos Campos, 12 de fevereiro de 2015.

DEDICATÓRIA

À **Deus** pela minha saúde, paz e felicidade sempre dividida com minha família e amigos. ***“Permanecei em mim, e Eu permanecerei em vós. Nenhum ramo pode produzir fruto por si mesmo, se não estiver ligado a videira. Vós igualmente não podeis dar fruto por vós mesmos, se não permanecerdes unidos a mim.”***
João 15:4,5,7

Aos meus pais, **Marco Aurelio Alves Feitosa** e **Nancy Maria Fonseca Feitosa**, pelo amor incondicional, carinho, dedicação, amizade, força e estímulo dado por toda a minha vida. A vida sempre pareceu mais leve quando os consultei. A coragem de ir em frente sempre foi estimulada por vocês. Os desafios parecem tão pequenos na perspectiva e conforto oferecido pelos nossos queridos pais. Tenho sorte por Deus ter escolhido vocês como meus pais.

Aos meu irmão **Marco Aurelio Alves Feitosa Filho** e a minha irmã **Fernanda Alves Feitosa**, pela amizade sem fim, pela alegria quando nos juntamos, pelas piadas que só nós podemos entender e principalmente por saber que sempre poderemos contar um com o outro. Amo muito vocês.... Amo muito a nossa amizade Amo muito a nossa família

To **Jonathan Laur Sochacki**, for the friendship, happiness and peace that you make me feel. Its really good to share moments with someone that can help and make you feel strong and happy.... Thanks for your support and for being so generous.

A minha querida tia, **Suely Pinto da Fonseca** pelo amor e carinho. Você é muito especial para todos nós.

A minha querida avó, **Alda Luiza Capeleto Feitosa**, pela firmeza que sempre mostrou durante toda a vida e principalmente pela superação e vontade de viver que tem mostrado nos últimos anos. Te amo!

A minha querida avó, **Aracy Pinto da Fonseca (*in memorian*)**, meu grande exemplo da infância e adolescência, estará sempre presente nos meus pensamentos e no meu coração. Sei que está bem...Sei que continua cuidando de nós...sei que ainda vamos nos encontrar...

Ao meu querido avozinho, **Amenadabe Alves Feitosa (*in memorian*)**. Difícil explicar o amor que sinto pelo senhor. Sinto falta dos seus conselhos aos Sábados. Independente da distância vou tentar sempre te fazer sentir orgulho, pois sinto muito orgulho do senhor. Te amo.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, **Prof. Tit. Marco Antonio Bottino**, pelos ensinamentos, oportunidades, orientações e amizade. Muito bom poder contar com um orientador que está sempre presente e que tem tanto compromisso com a Pós Graduação e com a Faculdade. Obrigada pelos conselhos e pelo carinho. Eu aprendi muito com o senhor.

Ao **Prof. Marco Cicero Bottino**. Eu tive muita sorte ao ser escolhida como sua aluna no exterior. A sua competência, vontade e dedicação são um grande exemplo. Muito obrigada por me receber e orientar. Muito obrigada por mostrar uma diferente perspectiva de ensino e pesquisa.

Ao **Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro** pela confiança, incentivo e atenção dispensados a mim durante todo o curso. Muito obrigada por me ajudar e ensinar durante todos os anos de pós graduação.

Ao **Prof. Dr. Nelson Luiz de Macedo**, pela amizade e confiança dedicada desde a graduação. Agradeço o apoio, carinho e compreensão em todos os momentos. Muito obrigada!!!

Aos professores do IPEN, **Dolores Lazar, Walter Kenji, Valter Ussui e Nelson B. de Lima**, pelo carinho com que me receberam e pelo agradável convívio. Vocês são professores e pesquisadores maravilhosos com grande comprometimento no ensino e crescimento do

aluno. A gratidão que eu sinto por tudo o que pude aprender com vocês é imensa.

Ao **Prof. Dr. Rodrigo Máximo de Araújo** pela amizade e disposição em ajudar. A sua vontade de ensinar é surpreendente. Obrigada por todos os ensinamentos, ajuda e atenção.

AGRADECIMENTOS

Ao **Instituto de Ciência e Tecnologia** da Universidade Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, minha faculdade do coração. Serei eternamente grata pelas oportunidades concedidas por essa instituição.

Ao programa de Pós graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pela **Profa. Tít. Marcia Carneiro Valera**.

A Secretária de Pós-Graduação composta pela **Rosemary Salgado, Bruno Marques e Ivan**.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** e a **Fundação de Amparo à Pesquisa (FAPESP)** pelo apoio financeiro concedido e pela bolsa de Doutorado Sanduiche PDSE-CAPES.

À **Indiana University Purdue University**, ao **Dr. Marco Cicero Bottino** e ao **Dr. J Platt**, pela oportunidade de aprender de uma maneira tão intensa.

À **Ivoclar Vivadent**, especialmente ao **Dr. Hill** e ao **Dr. Sashikant** pelos ensinamentos e pela oportunidade oferecida de realizar parte da minha tese em Buffalo, US.

Á **Profa. Tit. Dra. Marcia Carneiro Valera**, por toda a ajuda e disponibilidade dedicada não só a mim, mas a todos os alunos da Pós-Graduação.

Ao **Prof. Ivan Balducci** pela ajuda, disponibilidade, atenção e a pronta dedicação para realização da análise estatística desse trabalho e de muitos outros.

Ao **Professor Dr. Alexandre Luiz Souto Borges e a Professora Alessandra Borges**, pela ajuda e dedicação. Agradeço por todo o suporte oferecido durante a realização do meu Doutorado.

Aos **Professores Estevão Kimpara, Lafayette Nogueira Junior, Marco Maekawa, Eduardo Uemura, Tarcisio Arruda, Rubens Nissie Tango, Guilherme Saavedra e Fernando Eidi Takahashi e a Pesquisadora Renata Melo** pela amizade e ajuda prestada desde a época da graduação. Minha gratidão pelas orientações e ensinamentos.

Aos que estão sempre dispostos a ajudar nas diferentes atividades: **Tais Cachuté Paradela, Clélia Paiva, Eliana Wenzel, Juliana e Marcos Vestali**.

As meus amigos de Doutorado: **Marilia Pivetta Ripe, Lilian Costa Anami**, pela amizade e companheirismo. Com certeza a nossa amizade fez com que eu aprendesse muito.

Á minha querida amiga **Priscila Cristoforides Pereira Turci**, pela amizade e carinho. Você foi essencial durante toda a minha pós graduação. Muito bom poder contar com você. Obrigada pela amizade e por estar sempre tão presente na minha vida. Obrigada amiga!!

Ao **Lucas Hian da Silva** pela amizade, conhecimentos divididos e ajuda durante todos os anos de graduação e pós graduação.

Aos meus queridos amigos **Anelyse Arata, Fernanda Papaiz e Pedro Henrique Corazza** pela amizade e por todo o conhecimento divididos nos últimos anos.

À **Mariana Diehl Figueiredo**. Minha primeira amiga na Faculdade de Odontologia de São José dos Campos em 2004. Só posso agradecer pelos anos de amizade e conselhos.

As minhas amigas **Profa. Dra. Tais Scaramucci e Samira Helena Souza**, por tornarem os meus dias em Indy e em São Paulo ainda mais divertidos.

A **Nadia Ferreira, Rafaela Vasconcelos, Heleine, Mariana Figueiredo e Fernanda Feitosa** pela amizade e companheirismo, pelos bons momentos que dividimos na nossa casa durante a graduação e pós graduação. Vocês foram uma família para mim em SJC. Desejo muito sucesso para vocês, amigas!

Ao meu amigo **Itallo Emidio**. A sua simplicidade e alegria tornam os dias mais engraçados. Obrigada pela força que me deu quando eu estava em Indy. Que Deus continue a iluminar o seu caminho de sucesso.

As minhas queridas amigas: **Ana Carol, Anna Karina, Carol Martinelli, Fernanda Campos, Samia e Caroline Cotes e Flávia Teixeira**. Obrigada pela companhia nos almoços, no laboratório e na vida!!

Aos meus amigos de pós graduação: **Aline, Carol, Evelin, Gabriela, Nathalia, Poliana, Sarina, Tabata, Leandro Santis, Ligia, Caroline Cotes, Nayara, Vinicius, Júlio, Ronaldo Luis** pelo agradável convívio durante o curso.

To the **O'Briens Family** for making my life in Indy more happy. I am very glad that I had the chance to live with a good family like that. Thanks, **Michael, Jack, Grandma Betty** and **Patrick** for all the help and support. My sincerely thanks.

To my friend **Afnan Al-Alzhain** for all the help and support during my time at IUPUI. I am so happy to have you as a friend.

To my Equatorian, Americam and Brazilian friend **Fernanda Hamilton Sarmiento** for the friendship. I had such a good time working with you in the lab. Thanks my friend.

A todos aqueles que participaram de qualquer maneira na execução da minha tese...

Muito Obrigada

*“Nas grandes batalhas da vida, o primeiro passo para a vitória
é o desejo de vencer!”*

Mahatma Gandhi

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	14
RESUMO	16
ABSTRACT	17
1 INTRODUÇÃO	21
2 REVISÃO DE LITERATURA	22
2.1 Zircônia como um biomaterial na odontologia	22
2.2 Aplicações clínicas da zircônia como infraestrutura de Prótese Parcial Fixa	24
2.3 Caracterização da zircônia	29
2.4 Zircônia <i>full-contour</i> (FCZ)	31
2.5 Tratamentos de superfície com aplicação de HF e silano.....	37
2.6 Teste de retenção de coroas (tração)	55
3 PROPOSIÇÃO	57
4 MATERIAL E MÉTODOS	59
4.1 Caracterização da cerâmica FCZ	59
4.1.1 Preparo das amostras de FCZ	59
4.1.2 Caracterização microestrutural da cerâmica FCZ	60
4.1.3 Caracterização mecânica da FCZ	61
4.2. Caracterização do pó do <i>glaze</i>	61
4.2.1 Preparo da amostra de <i>glaze</i> FCZ	61
4.2.2 Caracterização microestrutural do <i>glaze</i>	62
4.3 Resistência adesiva	62
4.3.1 Preparo das amostras de FCZ	62
4.3.2 Microestrutura da superfície	64
4.3.3 Microscopia de força atômica (MFA)	64

4.3.4 <i>Scratch test</i>	64
4.3.5 Espessura do <i>glaze</i>	65
4.3.6 Cisalhamento (SBS)	65
4.3.7 Análise dos dados	66
4.4 Teste de retenção das coroas FCZ	67
4.4.1. Confecção dos troqueis de nema G10 e coroas FCZ	67
4.4.2 Confecção das coroas	68
4.4.3 Divisão dos grupos e cimentação	69
4.4.4 Ensaio de tração	71
4.4.5 Análise estatística	72
5 RESULTADO	73
5.1 Caracterização da cerâmica FCZ	73
5.2 Caracterização do pó do <i>glaze</i>	74
5.3 Caracterização da adesão	75
5.4 Retenção das coroas	82
6 DISCUSSÃO	87
6.1 Da caracterização da zircônia e <i>glaze</i> FCZ	87
6.2 Da caracterização da adesão	89
6.3 Da tração em coroas para cálculo da força de retenção	93
7 CONCLUSÃO	97
8 REFERÊNCIAS	98
APÊNDICES	105

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3Y-TZP	= Zircônia Policristalina Estabilizada por 3-mol% de Ítrio
Al	= Alumínio
ABF	= Ácido bifluoreto de amônio
Al ₂ O ₃	= Óxido de Alumínio
APF	= Flúor-fosfato Acidulado
BisGMA	= Bisfenol A Glicerolato Dimetacrilato
C	= Fase Cúbica da Zircônia
°C	= Grau Celsius
CAD-CAM	= <i>Computer Aided Design - Computer Aided Machine</i>
Cps	= Corpos de Provas
CDA	= <i>California Dental Association</i>
CET	= Coeficiente de Expansão Térmico Linear
DRX	= Difractometria de Raio X
E	= Módulo de Elasticidade
EDS	= Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X
FCZ	= <i>Full-Contour Zirconia</i>
FTIR	= Espectroscopia de Infravermelho por Transformação de Fourier
G	= Cisalhamento
GPa	= Gigapascal
HA	= Hidroxiapatita
HEMA	= 2-hidroxietil metacrilato
HF	= Ácido Fluorídrico
Hf	= Háfio
Hv	= Dureza Vickers
ICDD	= <i>International Centre for Diffraction Data</i>

K_{IC}	= Tenacidade à Fratura
Kg	= Quilograma
LTD	= <i>Low Temperature Degradation</i>
M	= Fase Monoclínica da Zircônia
MDP	= <i>10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate</i>
MEV	= Microscópio Eletrônico de Varredura
MFA	= Microscopia de Força Atômica
M_i	= massa Imersa
M_s	= Massa seca
MPa	= Megapascal
M_u	= Massa úmida
N	= Número de amostras
O	= Oxigênio
PPF	= Prótese Parcial Fixa
FPT	= Falhas pré-teste
Ra	= Rugosidade média
R_{MS}	= <i>Root Mean Square</i> ou Rq: Desvio médio quadrático
SIE	= <i>Selective infiltration technique</i>
SiO_2	= Dióxido de Silício ou Sílica
SP	= Solução Piranha
T	= Fase Tetragonal da Zircônia
$t \rightarrow m$	= Transformação Tetragonal para Monoclínica da Zircônia
Y	= Ítrio
Zr	= Zircônia
ρ	= Densidade

Feitosa SA. Caracterização de uma cerâmica 3Y-TZP e avaliação do efeito de tratamentos de superfície na adesão da cerâmica ao *glaze* ou cimento resinoso [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar os parâmetros de adesão entre *glaze* e *full-contour zirconia* (FCZ) e FCZ *glazeada* e cimento resinoso. Zircônia e *glaze* tiveram as suas propriedades caracterizadas. Amostras de FCZ foram divididas em 5 grupos: (GL) aplicação de *glaze*; (AL+GL) jateamento com óxido de alumínio + *glaze*; (CJ+GL) partículas de óxido de alumínio modificada por sílica (Cojet®) + *glaze*; (SP+GL) tratamento químico com solução piranha + *glaze*; (CJ) Cojet. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de força atômica (MFA) foram realizadas para avaliar a topografia das amostras. *Scratch test* foi realizado para avaliar o tipo de união entre zircônia e *glaze* após os diferentes tratamentos [(GL), (AL), (CJ) e (SP)]. Durante a cimentação, os grupos glazeados [(GL), (AL+GL), (CJ+GL) e (SP+GL)] foram tratados com ácido fluorídrico (HF) e silano; e o grupo não glazeado (CJ) apenas com silano. O cimento resinoso foi unido à zircônia utilizando um dispositivo específico para o teste de cisalhamento (SBS). Para a realização do teste SBS, metade dos espécimes de cada tratamento foi ensaiada 24 h após a cimentação e a outra metade foi envelhecida (armazenagem e termociclagem). Para a avaliação da retenção, foram confeccionados coroas FCZ e preparos para coroa total em substrato de resina epóxica (G10) (simulando um dente). Os grupos que receberam tratamento na superfície interna da coroa [(GL), (CJ+GL), (SP+GL) e (CJ)] foram cimentados com cimento resinoso sem MDP (Multilink Automix, 3M). O grupo que não recebeu tratamento na superfície interna (PF) foi cimentado utilizando um cimento resinoso contendo MDP (Panavia F, Kuraray). Os dados de adesão foram analisados estatisticamente (ANOVA e *Tukey test*). A *full-contour zirconia* apresentou alta densidade, microestrutura homogênea e propriedades mecânicas comparáveis à zircônia tradicional. O *glaze* correspondente apresentou picos coincidentes com a fase leucita (DRX) com morfologia irregular em formato e tamanho. O padrão de falha obtido pelo *scratch test* foi similar para todos os grupos avaliados e classificado como uma falha coesiva do *glaze*. Os dados de cisalhamento sugeriram que o tratamento químico, antes da aplicação do *glaze*, não potencializou os resultados de adesão. O teste de tração mostrou que o uso de cimento resinoso contendo MDP ou a aplicação de uma camada fina de *glaze* são boas alternativas para aumentar a união à zircônia.

Palavras-chave: Zircônia. Cisalhamento. *Scratch test*. *Glaze*. Tração. Adesão.

Feitosa SA. Characterization of a 3-YTZP ceramic and evaluation of the surface treatment on the adhesion of ceramic and glaze or resin cement [thesis]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.

ABSTRACT

The aim of the present study was to evaluate the adhesive parameters between glaze and full-contour zirconia (FCZ) and overglazed FCZ and resin cement. Zirconia and glaze were tested to determine their properties. FCZ samples were divided into 5 groups: (GL) glaze application; (AL+GL) sandblasting with aluminum oxide + glaze; (CJ+GL) tribochemical silica coating (Cojet®) + glaze; (SP+GL) chemical surface treatment with piranha solution+glaze; (CJ) Cojet. Electron scanning microscopy (SEM) and atomic force microscopy (MFA) were performed to evaluate the FCZ topography. Scratch test was executed to evaluate the bonding between FCZ and glaze after the different surface pretreatment. For the bonding procedures the glazed groups [(GL), (AL+GL), (CJ+GL) and (SP+GL)] were etched with hydrofluoric acid (HF) and treated with a silane coupling agent and the group without glaze (CJ) was treated only with a silane. The resin cement was bonded to the zirconia surface using a dedicated device for the shear test (SBS). For the SBS test, half of the samples were tested after 24 h and the other half after storage and thermocycling. To evaluate the tensile retention of FCZ crowns cemented on epoxy resin (G10) specimens simulating full-contour crowns were made. Pretreated groups [(GL), (CJ+GL), (SP+GL) and (CJ)] were bonded with a resin cement without MDP (Multilink Automix, 3M). The group without surface pretreatment (PF) was bonded with a MDP-based resin cement (Panavia F, Kuraray). The adhesive data were statistically analysed (ANOVA e Tukey test). FCZ showed high density, homogeneous microstructure and mechanical properties similar to the traditional zirconia. FCZ glaze was characterized as a leucite with irregular shape and size morphology. The scratch test pattern was similar for all the evaluated groups and classified as a cohesive failure of the glaze. The shear data suggested that the chemical treatment, before the glaze application, did not improve the bonding results and that the technique needs more research before being applied as an alternative to the traditional treatment with particle abrasion. The tensile test showed that the use of a MDP-containing resin cement or the glaze application might be good strategies to improve the bond strength to the zirconia.

Keywords: Zirconia. Shear test. Glaze. Tensile test. Adhesion.

1 INTRODUÇÃO

A cerâmica de zircônia tem recebido atenção como material restaurador devido a sua biocompatibilidade (Guazzato et al., 2005), ao avanço da tecnologia CAD/CAM (*Computer Aided Design/Computer Aided Machining*) e por apresentar propriedades mecânicas superiores (Guazzato et al., 2004a, 2005) particularmente aquelas resultantes do mecanismo de reforço por transformação de fase (Piconi, Maccauro, 1999, Guazzato et al., 2004a).

Essa cerâmica apresenta três diferentes fases cristalinas: monoclinica (M), tetragonal (T), e cúbica (C) (Garvie et al., 1975). A zircônia pura é monoclinica em temperatura ambiente e permanece estável até 1170 °C. Acima dessa temperatura, ela é transformada em tetragonal (1170 °C até 2370 °C) e cúbica (2370 °C) até o seu ponto de fusão (2680 °C). Durante o resfriamento, a fase tetragonal retorna a fase monoclinica em temperaturas entre 100 °C a 1070 °C por meio de uma transformação de fase que é acompanhada por uma variação de 3-5% do seu volume (Piconi, Maccauro, 1999; Yoshimura et al., 2007).

A transformação ($t \rightarrow m$) pode ser induzida por tensões mecânicas, resultando no aumento do volume do grão da zircônia (Guazzato et al., 2004a, 2005; Lazar et al., 2008; Scherrer et al., 2011). Essa expansão volumétrica do grão resulta no desenvolvimento de tensões internas compressivas, que se opõem a propagação de falhas ou trincas na superfície cerâmica (Scherrer et al., 2011). O mecanismo de transformação de fase pode ser controlado pela adição de óxidos estabilizadores (Lazar et al., 2008) como o óxido de ítrio, resultando na zircônia odontológica mais comumente utilizada, a zircônia policristalina estabilizada por 3-mol% de ítria (3Y-TZP).

Na prática odontológica, a 3Y-TZP é utilizada como infraestrutura para prótese parcial fixa (PPF) e pilares personalizados de implantes dentários, sendo essa infraestrutura revestida por uma cerâmica de cobertura (*veneering*). Entretanto, estudos clínicos continuam a reportar alguns tipos de falhas nessas restaurações como o lascamento da cerâmica de cobertura (Sailer et al., 2007; Schmit et al., 2009, 2012; Roediger et al., 2010) e também falhas adesivas entre porcelana e a infraestrutura de zircônia (Roediger et al., 2010; Tinschert et al., 2008).

Essas falhas podem ser atribuídas a um ou a uma combinação de fatores como: (1) diferença nas propriedades dos diferentes substratos envolvidos, i.e., o coeficiente de expansão térmica (CET) entre a infraestrutura de zircônia e a cerâmica de cobertura (Guess et al., 2008); (2) a taxa de resfriamento e a geometria da estrutura cerâmica *bilayer* (Guess et al., 2008); e (4) a dificuldade na promoção de uma forte e confiável adesão entre a superfície de zircônia e estrutura dentária.

Para prevenir essas falhas, coroas monolíticas de zircônia (FCZ - *full-contour zirconia*), sem a cerâmica de cobertura, têm sido propostas (Sabrah et al., 2013; Luangruangrong et al., 2014). Essas coroas são indicadas para áreas posteriores da boca, onde a estética não é o foco principal (Preis et al., 2012) e para casos onde o espaço oclusal e palatino é limitado (Ghazal, Kern, 2009), uma vez que restaurações com espessura menor de 1 mm podem ser projetadas.

No que diz respeito a cimentação, os procedimentos adesivos para restaurações feitas de cerâmicas a base de sílica, utilizando cimento resinoso, ácido fluorídrico (HF) e o agente de união silano, estão bem estabelecidos pela literatura (Valandro et al., 2005; Feitosa et al., 2014b). Entretanto, a adesão entre 3Y-TZP e cimento resinoso pode ser comprometida pela composição cristalina dessa cerâmica. O HF não é capaz de atacar e modificar efetivamente a superfície da zircônia, criando uma interface que favoreça a união

micromecânica com o cimento resinoso. Além disso, a superfície de 3Y-TZP não contempla aspectos físico-químicos que favorecem a união a agentes adesivos ricos em 3-metacriloxipropiltrimetoxi-silanos (Valandro et al., 2005; de Castro et al., 2012).

Sendo assim, estudos têm sido desenvolvidos para avaliar diferentes estratégias de cimentação que resultem em um melhor desempenho da 3Y-TZP (Vanderlei et al., 2014; Maeda et al., 2014). Tratamentos de superfície utilizando jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) ou deposição de sílica via jateamento com partículas de óxido de alumínio modificada por sílica (Rocatec e Cojet[®], 3M ESPE) (Atsu et al., 2006) têm sido propostos pela literatura. Entretanto, embora esse seja um tema contraditório, sabe-se que o impacto das partículas jateadas pode afetar as propriedades mecânicas da zircônia, induzindo a transformação de fase (t→m), podendo resultar em efeitos deletérios a longo prazo (Garcia Fonseca et al., 2013; Turp et al., 2013).

Para evitar os possíveis danos resultantes do jateamento de partículas, a aplicação de uma camada micrométrica de porcelana vítrea (*glaze*) na interface adesiva da 3Y-TZP tem sido investigada por diferentes autores (Ntala et al., 2010, Valentino et al., 2012; Cura et al., 2012; Vanderlei et al., 2014; Bottino et al., 2014). Assim, a aplicação do *glaze* (sensível à ação do HF) na interface de cimentação da 3Y-TZP, torna esta superfície retentiva e quimicamente reativa, preparada para receber o silano e o cimento resinoso (Cura et al., 2012; Vanderlei et al., 2014). Deste modo, a aplicação de porcelana vítrea na superfície de zircônia tem mostrado resultados de resistência adesiva promissores, comparável aos resultados obtidos em grupos jateados com partículas de Al_2O_3 (Valentino et al., 2012) ou de silício (Cojet[®]) seguido de silanização (Vanderlei et al., 2014).

Entretanto, apesar das vantagens citadas, problemas como a desadaptação marginal da infraestrutura de zircônia (Vanderlei et al., 2014) e a dúvida relacionada à durabilidade dessa cobertura (adesão

3Y-TZP e *glaze*) ainda precisam ser avaliadas. A durabilidade desse revestimento pode ser influenciada pela sua adesão ao substrato cerâmico e também pelas propriedades tanto do substrato quanto do revestimento (i.e. *glaze*) (Bull, 1997; Tomastik, Ctvrtlik, 2013). Sendo assim, para entender um pouco mais o comportamento dessa cobertura aplicada na superfície de 3Y-TZP, um teste conhecido como *Scratch Test* pode ser utilizado. Esse teste avalia as propriedades coesivas e adesivas das coberturas de filmes finos ao ser removido do substrato (*scratched*) (Bull, 1997; Tomastik, Ctvrtlik, 2013).

Sabe-se ainda que a união entre 3Y-TZP e cimento resinoso pode ser abreviada se a superfície cerâmica não for corretamente preparada. O uso da solução piranha (uma mistura de ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio 30%) tem recebido pouca atenção como um pré-tratamento químico da zircônia. Segundo estudos, essa solução (oxidante) ataca as superfícies tornando-as hidrofílicas (Zandparsa et al., 2014; Lohbauer et al., 2008). Porém, ainda não foi estabelecido pela literatura se esse tratamento químico pode melhorar a adesão do glaze à zircônia e se esse procedimento é seguro para ser realizado na clínica ou laboratório.

Sendo assim, os objetivos do presente estudo foram: (1) caracterizar as propriedades físico-químicas e mecânicas da nova cerâmica FCZ; (2) caracterizar o material vítreo (*glaze*) aplicado na interface adesiva da FCZ; (3) caracterizar a adesão entre FCZ e *glaze*, utilizando o *scratch test*, após diferentes tratamentos na superfície FCZ; (4) avaliar o efeito de diferentes tratamentos da FCZ na união entre zircônia e *glaze*; (5) avaliar o impacto de diferentes tratamentos de superfície da FCZ na resistência adesiva entre cimento resinoso e FCZ; e (6) avaliar o impacto de diferentes tratamentos da superfície interna de coroas FCZ na retenção de coroas FCZ cimentadas sobre um substrato análogo à dentina.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Zircônia como um biomaterial na odontologia

Madfa et al. (2014) realizaram uma revisão de literatura sobre o uso da zircônia na odontologia. Devido ao crescente interesse na estética e a preocupação com as reações alérgicas e a toxicidade de alguns metais, a zircônia começou a ser utilizada como um novo material cerâmico no final do século XX. A zircônia é uma boa alternativa a alumina e tem sido utilizada nas diferentes especialidades odontológicas para fabricação de pinos intracanaís (endodontia), coroas, pontes, *abutments* (prótese) e também *brackets* estéticos (ortodontia). Novos métodos de fabricação da zircônia também foram abordados como a utilização da tecnologia CAD-CAM.

Ainda no mesmo artigo, as propriedades mecânicas da 3Y-TZP foram apresentadas (Tabela 1) baseadas no estudo de Piconi, Maccauro (1999). A zircônia apresenta três diferentes fases cristalinas: monoclinica (M), tetragonal (T), e cúbica (C). A zircônia pura é monoclinica em temperatura ambiente e permanece estável até 1170 °C. Acima dessa temperatura, ela é transformada em tetragonal (1170 °C até 2370 °C) e cúbica (2370 °C) até o seu ponto de fusão (2680 °C). Durante o resfriamento, a fase tetragonal volta a monoclinica em temperaturas entre 100 °C a 1070°C por meio de uma transformação de fase acompanhada por uma variação de 3-5% do seu volume, que é suficiente para fraturar um corpo sinterizado (Piconi, Maccauro, 1999; Yoshimura et al., 2007)

Tabela 1 – Propriedades mecânicas da zircônia

Propriedades mecânicas	Valor
Densidade	6,05 g/cm ³
Dureza	1200 HV
Resistência à flexão	900-1200 MPa
Resistência à compressão	2000 MPa
Tenacidade à fratura	7-10 MPam ^{1/2}
Módulo de Young	210 GPa
Coefficiente de Expansão Térmica	11x 10 ⁻⁶ 1/K

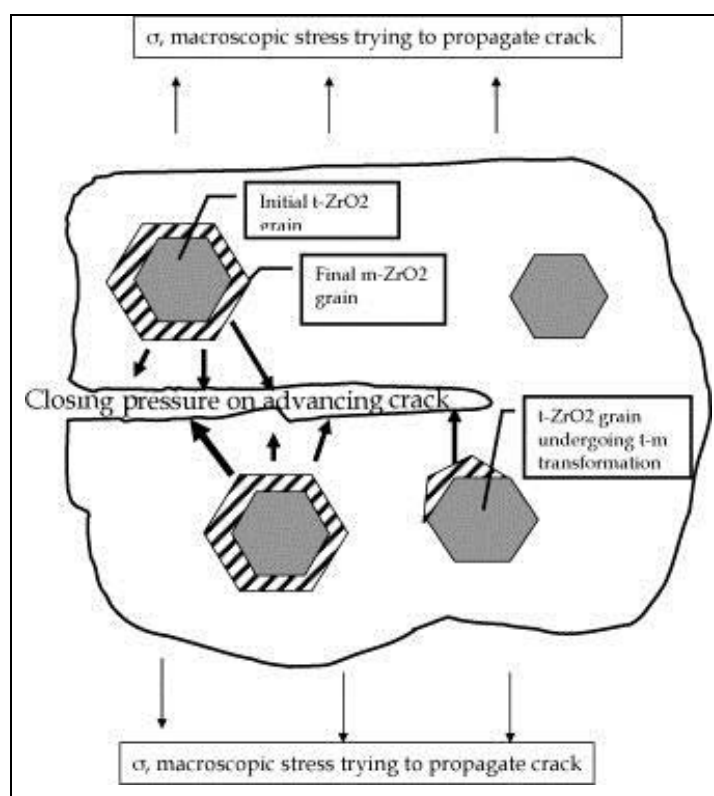


Figura 1 – Esquema representando como o mecanismo de transformação de fase (t→m) aumenta a tenacidade à fratura desse material. Quando uma parte da zircônia metaestável (t-ZrO₂) é submetida a uma tensão macroscópica, mesmo que remota, a transformação de alguns grãos para a fase monoclínica já pode ser observada. Como essa transformação resulta em uma expansão volumétrica, que é contida pelo material ao redor da trinca, o resultado é uma tensão de compressão agindo sobre as superfícies da falha, cuja propagação é, portanto, “impedida” (Lughi, Sergo, 2010).

A presença de tensões externas pode resultar na transformação de fase e também em uma expansão volumétrica ilustrada por Lughì, Sergo (2010) (Figura 1). Lughì, Sergo (2010) ainda mostraram que fatores como: (1) o tipo e quantidade de óxido estabilizante; (2) tensões residuais; e (3) o tamanho do grão, podem afetar o fenômeno de envelhecimento da zircônia.

2.2 Aplicações clínicas da zircônia como infraestrutura de Prótese Parcial Fixa

Sailer et al. (2007) realizaram um estudo com o objetivo de determinar a taxa de sucesso de próteses parciais fixas (PPFs) posteriores com infraestrutura de zircônia após cinco anos de observação clínica. Para isso, 45 pacientes que precisavam de pelo menos 1 PPF para substituir de 1 a 3 elementos dentários posteriores, foram incluídos no estudo. Cinquenta e sete PPFs com infraestrutura de zircônia foram cimentadas com o cimento resinoso Variolink ou Panavia TC. Os períodos de avaliação foram: início do estudo (*baseline*), após 6 meses e após 1 a 5 anos. Foram avaliados os parâmetros relativos à: (1) Profundidade de Sondagem; (2) Nível de inserção; (3) Índice de placa; (4) Sangramento à Sondagem; e (5) Vitalidade do pilar protético. Dos 45 pacientes 11 (com 17 PPFs) foram perdidos durante o estudo. Vinte e sete pacientes (com 33 PPFs) foram examinados após 53.4 ± 13 meses. Após 3 anos, sete pacientes (com 7 PPFs) tiveram suas PPFs substituídas por não estarem clinicamente aceitáveis (complicações biológicas ou técnicas). Os resultados dos 27 pacientes restantes (33 PPFs) estão listados no Quadro 1.

Quadro 1 – Principais causas de falhas das PPFs

Nº	Unidades	Meses	Cimento	Causa da falha
1	3	21,2	Panavia	Fratura do dente de suporte
2	4	23,3	Panavia	Cárie Secundária
3	5	33	Panavia	Cárie Secundária
4	4	33,3	Variolink	Necessidade de nova cimentação
5	5	38	Panavia	Fratura
6	4	38,3	Panavia	Lascamento da cerâmica de cobertura
7	3	42	Variolink	Problemas Endodônticos
8	3	44,1	Panavia	Erro de cimentação, cárie secundária
9	3	53,7	Panavia	Fratura do dente de suporte
10	4	54,9	Panavia	Cárie Secundária
11	3	60,4	Variolink	Cárie Secundária
12	3	70,2	Panavia	Cárie Secundária

Fonte: Sailer et al. (2007)

Após 5 anos de observação clínica, 12 PPFs em 12 pacientes foram substituídas. Uma PPF de 5 elementos fraturou como resultado de trauma (após 38 meses). A taxa de sucesso foi de 97,8%, porém a taxa de sobrevivência foi 73,9% devido a outras complicações. A presença de cárie secundária foi encontrada em 21,7% das PPFs e lascamento da cerâmica de cobertura em 15,2% dos casos. Assim, os autores concluíram que a zircônia oferece estabilidade suficiente como material de infraestrutura para PPFs posteriores de 3 e 4 elementos. Porém, pesquisas ainda são necessárias para melhorar a durabilidade clínica da cerâmica de cobertura.

Molin, Karisson (2008) realizaram um estudo prospectivo para avaliar o desempenho clínico de PPFs com infraestrutura de zircônia. Para isso, dezenove PPFs (3 elementos) foram instaladas em 18

pacientes (10 foram instaladas na maxila e 9 na mandíbula). Dois examinadores calibrados avaliaram as PPFs após 1 semana (*baseline*), 1, 3 e 5 anos, utilizando o sistema de avaliação de qualidade da *California Dental Association* (CDA). Os resultados mostraram que todas as próteses estavam satisfatórias após 5 anos de uso clínico. Uma PPF perdeu a retenção após 12 meses, mas permaneceu intacta sendo novamente cimentada. Nenhuma alteração foi vista em termos de cor e formato anatômico da gengival. O número de superfícies oclusais ligeiramente ásperas aumentou cerca de 30% em 5 anos. Evidências de aprofundamento ao longo da margem gengival aumentaram ao longo do tempo de avaliação para PPFs cimentadas com cimento de fosfato de zinco. Sendo assim, os resultados indicam que as PPFs de zircônia são alternativas protéticas promissoras, mesmo nas regiões de pré-molar e molar. Entretanto, para PPFs totalmente cerâmicas de mais elementos (> 3 elementos) mais estudos são necessários.

Tinschert et al. (2008) realizaram um estudo prospectivo para avaliar o desempenho clínico de PPFs anteriores e posteriores com infraestrutura de zircônia após uma média de três anos de observação clínica. Quarenta e seis pacientes com a ausência de 1 a 3 elementos dentários, anteriores ou posteriores foram incluídos neste estudo. Todos os dentes foram preparados para coroas totais. As infraestruturas de zircônia foram produzidas com o sistema Precident DCS e cobertos com uma cerâmica de cobertura. Um cimento resinoso autopolimerizável foi utilizado para cimentar as PPFs localizadas na região anterior e um cimento de fosfato de zinco convencional foi utilizado para a região posterior. Quinze PPFs anteriores e 50 posteriores foram avaliadas pelo menos uma vez por ano após cimentação. O período de observação foi de 38 ($\pm 18,0$) meses para a região anterior e 37 ($\pm 15,5$) meses para a posterior. Durante as avaliações, foram apresentados 4 casos de lascamento de uma pequena região da cerâmica de cobertura. Duas PPFs precisaram ser cimentadas novamente e 3 dentes necessitaram de

tratamento endodôntico. Nenhuma influência negativa foi vista na margem gengival. Assim, os autores concluíram que dentro do tempo de avaliação de 3 anos essas PPFs apresentaram taxa de sucesso suficiente sob o aspecto clínico. No entanto, atenção especial deve ser dada para a infraestrutura de zircônia, assegurando assim uma espessura suficiente da cerâmica de cobertura (entre 1 a 2 mm).

Roediger et al. (2010) realizaram um estudo clínico prospectivo, avaliando o desempenho de PPFs de três e quatro elementos com infraestruturas de zircônia após um período de observação médio de 50 meses. O estudo focou na sobrevivência da restauração e no sucesso da cerâmica de cobertura. Setenta e cinco pacientes com ausência de no máximo dois dentes e com presença de dentes antagonistas foram tratados com 99 PPFs. Cinquenta e um espécimes (grupo experimental) tiveram suas infraestruturas recobertas com uma cerâmica experimental apropriada; 48 restaurações (grupo Ceram-S) foram revestidas com uma cerâmica de baixa fusão disponível comercialmente e otimizada para estruturas em zircônia. Todas as restaurações foram cimentadas com cimento de fosfato de zinco. Sete restaurações foram perdidas: 4 devido a complicações técnicas e 3 devido a complicações biológicas. A taxa de sobrevivência global após 48 meses foi de 94% (análise de Kaplan-Meier). Vinte e três casos necessitaram de intervenção clínica para manutenção da restauração: 13 casos de lascamentos da cerâmica de cobertura, 6 perdas de retenção (foi repetida a cimentação), 3 lesões de cárie e 1 perda de vitalidade do pilar protético (tratamento endodôntico). Sendo assim, os autores concluíram que dentro dos 4 anos de avaliação clínica e acompanhamento, as taxas de sobrevivência foram suficientes para as PPFs. As principais complicações observadas foram: (1) fratura da cerâmica de cobertura; e (2) necessidade de nova cimentação (principalmente na região mandibular).

Salido et al. (2012) realizaram um estudo prospectivo com o objetivo de avaliar o desempenho clínico de PPFs de 4 elementos com infraestrutura de zircônia após 4 anos de observação clínica. Entre 2006 e 2010, 10 pacientes (5 do sexo feminino e 5 do sexo masculino) receberam 17 PPFs de quatro elementos. Dois examinadores calibrados avaliaram as próteses após 1 semana (*baseline*), 6 meses e 1, 2, 3 e 4 anos, utilizando os critérios da CDA. Três restaurações foram perdidas após 25,3 meses, devido à fratura. Um dente pilar foi extraído devido à fratura de sua raiz (23 meses após cimentação). Três PPFs apresentaram lascamentos da cerâmica de cobertura uma semana antes de fraturarem suas infraestruturas de zircônia. Lascamentos menores da cerâmica de cobertura foram observados em duas outras PPFs, 1 semana e 36 meses após a cimentação. Após 4 anos de serviço clínico, a taxa de sobrevivência foi de 76,5%. Nenhuma lesão cariosa foi detectada nos dentes pilares. As restaurações restantes foram julgadas como satisfatórias de acordo com os critérios da CDA. Parâmetros periodontais não apresentaram diferenças significativas entre os dentes avaliados e os dentes que serviram como controle, porém, o parâmetro “Índice Gengival” apresentou como resultado um ligeiro aumento na inflamação gengival de dentes pilares (região distal) após 4 anos de uso clínico dessas próteses. Os autores concluíram que o uso dessas PPFs deve ser restrito para pacientes com altas exigências estéticas.

Peláez et al. (2012) realizaram um estudo prospectivo randomizado para avaliar o desempenho clínico da zircônia em PPFs de 3 elementos localizadas na região posterior da boca. Vinte PPFs foram instaladas em 17 participantes para substituir um segundo pré-molar ou um primeiro molar. Onze PPFs foram instaladas na maxila (4 primeiros molares e 7 segundos molares) e nove na mandíbula (7 primeiros molares e 2 segundos molares). As restaurações foram cimentadas com o cimento resinoso RelyX Unicem. Dois examinadores calibrados avaliaram independentemente as próteses dentárias fixas 1 semana e 1, 2 e 3 anos

após a instalação com o sistema de avaliação de qualidade CDA. Parâmetros periodontais como: (1) Índice gengival; (2) índice de placa; (3) Posicionamento da margem gengival; e (4) sondagem foram avaliados. A taxa de sobrevivência foi de 95%. Todas as próteses fixas foram classificadas como satisfatórias depois de 3 anos, e nenhuma fratura da infraestrutura foi observada durante o período de avaliação. Uma PPF foi perdida devido à complicação biológica após 3 anos de uso clínico (fratura longitudinal na raiz de um pré-molar tratado endodonticamente), e um pequeno grau de lascamento da cerâmica de cobertura foi observado em 2 participantes. Sendo assim, os resultados sugeriram que essas PPFs representam uma alternativa promissora para as restaurações metalocerâmicas convencionais.

2.3 Caracterização da zircônia

Guazzato et al. (2004a) avaliaram (a) Resistência à flexão biaxial; (b) Tenacidade à fratura (K_{IC}); e (c) Microestrutura, das cerâmicas: (1) DC Zirkon; (2) Zircônia experimental; (3) In-Ceram Zirconia *slip*; e (4) In-Ceram Zircônia *dry-pressed*. Foram confeccionados espécimes de cada material para realização do teste de resistência à flexão biaxial (N = 10); e de tenacidade à fratura (N = 20). Os resultados obtidos nesse estudo (Parte 2) foram comparados aos resultados obtidos no estudo do mesmo autor (Parte 1), Guazzato et al. (2004b) onde foram utilizadas as cerâmicas: (E1) IPS-Empress – uma cerâmica com base de leucíta; (E2) Empress 2 - cerâmica à base de dissilicato de lítio; (Ec) *New Experimental Ceramic* – cerâmica também à base de dissilicato de lítio; (IA *slip*) In-Ceram alumina *slip casting*- alumina; e (IA *dry-pressed*) In Ceram alumina *dry pressing* – alumina. Os resultados do estudo (Parte 2) estão apresentados na Tabela 2:

Tabela 2 - Resultados de Resistência (R), Tenacidade à fratura (K_{IC}), módulo de elasticidade (E) e Dureza (Hv)

Material	R (MPa)	K_{IC} (MPa m ^{1/2})	E (GPa)	Hv (GPa)
E1	106(17) ¹	1,2(0,14) ¹	65 (1,5)	6,5(0,4)
Ec	303(49) ²	3,0(0,65) ²	90 (3,7)	5,5(0,2)
E2	306 (29) ²	2,9(0,51) ²	105 (4,8)	5,3(0,2)
IZ dry-pressed	476(50) ³	4,9 (0,36) ³	240 (9,0)	11 (0,9)
IA slip	594 (52) ^{3,4}	4,4(0,48) ³	265 (10)	11 (0,3)
IZ slip	630 (58) ⁴	4,8 (0,50) ³	240 (9,0)	10,5 (0,2)
YZ	680(130) ⁴	5,5(0,34) ⁴	240(9,5)	13(0,3)
DZ	840 (140) ⁵	7,4(0,62) ⁵	220 (7,5)	12(0,2)

Fonte: Guazzato et al. (2004a)

Os números sobrescritos (para materiais com o mesmo número) indicam grupos sem diferença estatística.

A análise microscópica e de difração de raios-X (DRX), para identificação das fases cristalinas presentes, mostraram a importância do papel desempenhado pela transformação de fase e a relação entre a matriz vítrea e a fase cristalina nos mecanismos de resistência e tenacidade à fratura dessas cerâmicas. Assim, os autores puderam concluir que cerâmicas de zircônia são mais resistentes comparadas as cerâmicas com base vítrea. Esses bons resultados devem refletir na performance clínica de restaurações com infraestrutura de zircônia.

Lazar et al. (2008), realizaram um estudo com o objetivo de: (1) sinterizar uma zircônia estabilizada por 3% mol de ítria (3Y-TZP) pela rota de co-precipitação; (2) obter espécimes de zircônia - analisar as suas características superficiais e propriedades mecânicas; (3) comparar o material processado a três cerâmicas odontológicas. As cerâmicas comerciais utilizadas foram: (PA) alumina sinterizada de alta densidade (Procera AllCeram – Nobel Biocare); (CAZ) Alumina/Zircônia *dry pressing*

(In-Ceram Zirconia Block - Vita-Zahnfabrik); e (IZ) Alumina/Zircônia *Slip Cating* (In-Ceram Zirconia - Vita-Zahnfabrik). Todos os espécimes foram polidos e limpos em ultrassom. A análise de fase quantitativa foi realizada por DRX, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e a densidade aparente foi calculada pelo Princípio de Arquimedes. As cerâmicas também foram caracterizadas utilizando MEV, TEM e EDS. A dureza (Hv) e tenacidade à fratura (K_{IC}) foram calculadas realizando impressão Vickers. Os resultados mostraram que a Hv e K_{IC} foram afetadas pela composição do material cerâmico. Esses dados confirmaram que a cerâmica PA é constituída por uma fase romboédrica chamada alumina. A análise de SEM/EDS confirmou a presença de alumínio na cerâmica PA. Nas cerâmicas IZ e CAZ, alumínio, zircônio e cério foram identificados em grãos envolvidos por uma segunda fase que contém alumínio, silício e lantânio. A cerâmica PA apresentou valores de dureza Vickers significativamente mais elevados ($H_v = 18,4 \pm 0,5$ GPa) em relação à cerâmica CAZ ($H_v = 10,3 \pm 0,2$ GPa) e IZ ($H_v = 10,6 \pm 0,4$ GPa). A zircônia experimental Y-TZP mostrou resultados significativamente menores comparados à cerâmica PA, porém a tenacidade à fratura foi significativamente mais elevada ($K_{IC} = 6.0 \pm 0.2$ MPa $m^{1/2}$) quando comparado a outras cerâmicas testadas. O método de co-precipitação usado para sintetizar pós de zircônia e as condições de processamento cerâmico adotadas levaram a uma cerâmica com propriedades mecânicas comparáveis as disponíveis comercialmente.

2.4 Zircônia *full-contour* (FCZ)

Alghazzawi et al. (2012) reportou a importância da transformação de fase da zircônia (t→m), visto que o excesso de volume

causado por essa transformação reduz a propagação de trincas. Esse fenômeno também ocorre na presença de tensões hidrotérmicas causadas pela presença de água e sangue por um longo período de tempo. Nesse caso, é considerado desfavorável pois esse excesso de volume não é compensado pelo espaço criado pela trinca levando a micro e macro trincas e reduzindo as propriedades mecânicas do material. Esse fenômeno é chamado de LTD (*low-temperature degradation*). Assim, foram avaliados: (1) o efeito do envelhecimento na resistência à flexão, dureza, módulo de Young, rugosidade superficial, e estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP; e (2) a porcentagem de transformação de fase da zircônia submetida ao envelhecimento. Assim, 64 espécimes de zircônia foram confeccionados (simulando os procedimentos laboratoriais para a confecção de restaurações de zircônia monolíticas), sendo divididos entre grupo controle (N = 32) e grupo de envelhecimento acelerado (100 °C, 7 dias, saliva artificial) (N = 32). Quatro espécimes de cada grupo foram avaliados utilizando: (1) Microscopia de força atômica (MFA) para avaliar a rugosidade superficial (RA e RMS); (2) DRX para avaliar a transformação de fase; (3) Dureza (Hv) utilizando um nanoindentador XP/G200; (4) EDS para realização das análises químicas; e (E) para cálculo do Módulo de Elasticidade. Os resultados de EDS mostraram uma alta concentração de zircônia (Zr) e oxigênio (O), e pequenas concentrações de ítrio (Y), háfnio (Hf), e alumínio (Al). O envelhecimento resultou em um aumento tanto da fase monoclinica dos espécimes quanto na rugosidade superficial com consequente diminuição da dureza e do módulo de elasticidade. A análise de DRX do grupo controle mostrou uma pequena fração de fase monoclinica ($2,4 \pm 0,6\%$); entretanto, os espécimes envelhecidos apresentaram uma alta quantidade de fase monoclinica ($21 \pm 2\%$). Houve um aumento significativo na rugosidade superficial (Ra: $12,23 \pm 6,16$ nm a $21,56 \pm 13,39$ nm e RMS: $15,06 \pm 7,23$ nm a $27,45 \pm 16,16$ nm) nos espécimes envelhecidos. A dureza e o módulo de Young apresentaram uma queda

significativa, já os resultados de resistência à flexão não foram afetados pelo envelhecimento Tabela 3.

Tabela 3 – Resultados de: rugosidade, DRX, dureza, módulo de elasticidade, análise de elementos e resistência à flexão

		Média ± DP (controle)	Média ± DP (envelhecido)	Valor de <i>p</i>
Rugosidade	Ra	12,23 ± 6,16	21,56 ± 13,39	0,017
	RMS	15,06 ± 7,23	27,46 ± 16,16	0,009
Porcentagem de fase monoclínica		2,4 ± 0,6	21,0 ± 2,0	< 0,001
Hv (GPa)		16,56 ± 0,81	15,14 ± 1,83	< 0,001
E (GPa)		275,68 ± 12,26	256,56 ± 21,56	< 0,001
Análise de elementos (wt. %)	Zr	80,73 ± 3,18	80,68 ± 2,51	0,966
	O	11,41 ± 3,50	11,45 ± 2,47	0,974
	Y	4,43 ± 0,32	4,46 ± 0,43	0,848
	Hf	3,09 ± 0,27	3,13 ± 0,31	0,739
	Al	0,305 ± 0,158	0,305 ± 0,239	0,999
Resistência à flexão (MPa)		586,86 ± 71,47	578,31 ± 75,25	0,678

Fonte: Alghazawi et al. (2012)

Os autores concluíram que o tratamento LTD da zircônia induziu a transformação de fase de tetragonal para monoclínica (21%),

um significativo aumento de rugosidade da superfície de 12 nm para 22 nm (Ra) ($p = 0,017$), diminuição da dureza (17 GPa para 15 GPa, $p \leq 0,001$) e diminuição do módulo de elasticidade (276 GPa para 257 GPa $\leq 0,001$). A resistência à flexão (586 MPa para 578 MPa) não foi alterada significativamente.

Preis et al. (2012) avaliaram a resistência à fratura de PPFs de zircônia monolítica submetidas a diferentes tratamentos de superfície e procedimentos de ajuste. Para isso, PPFs de 3 elementos foram confeccionadas e divididas em sete grupos ($n = 8/\text{grupo}$): (a) com desenho anatômico (AD); ou (b) com desenho anatomicamente reduzido (ARD) + cerâmica de cobertura. As superfícies foram preparadas de acordo com a relevância clínica: (1) AD - sinterizado; (2) AD – sinterizado + *glaze*; (3) AD – sinterizado - jateados - *glaze*; (4): AD – sinterizado - polido – desgastado (pontos de contato ajustados); (5): AD – sinterizado - polido – desgastado – polido novamente; (6): ARD – sinterizado - cobertura; (7): controle: semelhante ao (3) sem ciclagem térmica (TC) e mecânica (ML). As PPFs foram cimentadas adesivamente aos dentes pilares de polimetilmetacrilato (PMMA). Ciclagem termomecânica (TCML) (TC: $6000 \times 5^\circ/55^\circ$; ML: 1.200.000 ciclos, 50 N, 1,6 Hz) foram realizadas em um simulador de mastigação. As falhas foram avaliadas e a resistência da fratura foi determinada após envelhecimento. Os resultados mostraram que nenhuma PPF falhou durante TCML, porém apresentaram desgaste nos pontos de contatos. A resistência à fratura variou entre 1173,5N (4) e 1316,0N (3) sem diferença significativa entre os grupos ou em comparação com o grupo controle. Os resultados indicaram que essas restaurações apresentaram resistência superior à falhas e à fratura tanto para o grupo AD quanto para o ARD com recobrimento, permitindo a aplicação clínica dessa cerâmica monolítica. Essas PPFs mostraram ter boa tolerância para diferentes tratamentos de superfície e procedimentos de ajuste. No entanto, superfícies ásperas e danificadas devem ser evitadas, pois isso pode levar a crescimento subcrítico de trinca levando

eventualmente a falha catastrófica. As cerâmicas monolíticas, polidas ou com *glaze*, podem ser uma alternativa as coroas com infraestrutura de zircônia e cerâmica de cobertura.

Restaurações com infraestrutura de zircônia apresentam elevadas taxas de insucesso devido a fraturas da porcelana de recobrimento. Restaurações *full-contour* podem ser uma alternativa para restaurações de zircônia. Sendo assim, Beuer et al. (2012) avaliaram coroas unitárias de zircônia *full-contour* quanto a: (a) análise de transmissão de luz utilizando um espectrofotômetro; (b) avaliação ponto de contato (restauração e antagonista); e (c) capacidade resistência ao carregamento. Para isso, quatro diferentes tipos de coroas foram confeccionados: (1) VT - Infraestrutura de zircônia com cerâmica de cobertura; (2) ST - infraestrutura de zircônia com cerâmica de cobertura realizada pela técnica do CAD-CAM, (3) GF - zircônia *full-contour* com *glaze*; (4) PF - zircônia *full-contour* polida. Após a análise de transmissão de luz (e espécimes por grupo), as coroas foram cimentadas em troques metálicos (que simulam preparos odontológicos). Os espécimes foram carregados até à fratura em um simulador de mastigação (120.000 ciclos mecânicos, carga de 5 kg, 320 ciclos de termociclagem). Os pontos de contato entre restauração e antagonista foram avaliados. Os resultados mostraram que o grupo *full-contour* polido (PF) apresentou “transmissão de luz” significativamente mais alta comparada aos três outros grupos. O grupo PF ainda exibiu perda de “contato com a restauração” significativamente menor comparado aos grupos ST e VT, entretanto não houve diferença entre os grupos PF e GF. Já o “contato com o antagonista” do grupo PF foi significativamente maior comparado aos grupos ST e GF. Porém não foram encontradas diferenças entre os grupos GF e VT e entre ST e VT. Todos os espécimes sobreviveram ao envelhecimento (a força máxima que pode ser aplicada com essa máquina é de 10.500N), porém nove espécimes do grupo ST, 11 do grupo GF não falharam com essa carga. O tipo de falha apresentado pelo grupo

VT foi coesiva sem falha da infraestrutura de zircônia. Já o grupo ST exibiu falhas catastróficas. Os autores puderam concluir que coroas de zircônia *full-contour* + *glaze* podem ser uma alternativa as restauração convencionais. Coroas de zircônia *full-contour* polidas exibiram menor desgaste na restauração, mas maior desgaste no antagonista em relação aos outros grupos.

Sabrah et al. (2013) avaliou o efeito da técnica de polimento na superfície da cerâmica de 3Y-TZP e no comportamento ao desgaste à hidroxiapatita sintética (HA). Trinta e duas amostras de FCZ ($\varphi = 2 \times 1,5$ mm em altura) foram confeccionadas utilizando a tecnologia CAD/CAM e divididas em quatro grupos (N = 8) de acordo com o tratamento de superfície: G1 – sem acabamento (*as machined*); G2 – glazeadas; G3 – acabamento com ponta diamantada e G4-G3+ o kit de acabamento OptraFine®. Discos de HA ($\varphi = 13 \times 2,9$ mm) também foram confeccionados. Os valores de rugosidade (R_a e R_q , em μm) foram analisados utilizando um perfilômetro (não contato). O teste de desgaste foi então realizado. A rugosidade foi estatisticamente diferente entre os grupos sendo os mais rugosos os grupos G1 ($R_a = 0,84$, $R_q = 1,13 \mu\text{m}$) e G3 ($R_a = 0,89$, $R_q = 1,2 \mu\text{m}$) e G2 ($R_a = 0,42$, $R_q = 0,63 \mu\text{m}$) o mais liso (menos rugoso). A maior perda em altura (devido ao desgaste) foi observada no grupo glazeado ($35,39 \mu\text{m}$) e a menor no grupo polido ($6,61 \mu\text{m}$). A perda em volume e altura do antagonista foi similar para os grupos G1-G3 enquanto o grupo polido ($1,3 \text{ mm}^3$, $14,7 \mu\text{m}$) apresentou os menores valores. A partir dos resultados, os autores concluíram que apesar do *glaze* oferecer uma superfície mais lisa, quando comparado aos outros grupos, o tratamento resulta em maior desgaste do elemento antagonista.

Feitosa et al. (2014a) avaliaram (1) a influência de diferentes métodos de limpeza após contaminação com saliva e (2) diferentes condições de envelhecimento (termociclagem - 5000x ou armazenamento – 150d) na adesão entre zircônia (FCZ) e cimento

resinoso utilizando o ensaio de cisalhamento. Cento e oitenta amostras de zircônia foram jateadas com Al_2O_3 (50 μm), imersas em saliva (banco de saliva) por 1 min (com exceção do grupo controle (C)), e divididas em grupos de acordo com o método de limpeza utilizado: (W) água destilada, (PA) ácido fosfórico 37%, (IC) pasta para limpeza, contendo óxido de zircônio - Ivoclean[®], Ivoclar Vivadent e (AL) isopropanol 70%. Os resultados mostraram o efeito significativo do armazenamento em água 150d < TC < 24 h. A comparação entre os grupos mostrou que PA < AL e W < IC e C. Os valores de resistência adesiva foram de 10,4 - 21,9 MPa (24 h), 6,4 - 14,8 MPa (TC) e 2,9 - 7,0 MPa (150 dias). A análise de falhas mostrou um grande número de falhas mistas. Os resultados sugeriram que a pasta Ivoclean[®] foi capaz de manter os adequados valores de SBS após TC e 150 dias de armazenamento, comparável a zircônia sem contaminação.

Hmaidouch et al. (2014) avaliaram o efeito do acabamento e polimento (Kit NTI / ponta grossa, média e fina) intraoral na rugosidade da zircônia com e sem cerâmica de cobertura. As amostras foram divididas em grupos: G1(N = 15) – Y-TZP glazeada; e G2 (N = 15) – Y-TZP/ cerâmica feldspática e *glaze*. A rugosidade (perfilometria - R_{max}) aumentou após o acabamento em todos os grupos. Os resultados mostraram que o polimento utilizando o kit NTI (três passos) pode resultar em uma superfície lisa, comparável a superfície GFZ (*glazed full-contour zirconia*) sem tratamento. Uma superfície menos rugosa, com menos defeitos, foi encontrada após o acabamento e polimento quando comparado FZ (*full-contour zirconia*) e ao VFZ (*veneered full-contour zirconia*). Menor rugosidade foi encontrada após o polimento FZ quando comparado ao GFZ.

2.5 Tratamentos de superfície com aplicação de HF e silano

Kosmac et al. (2000) avaliaram: (1) o efeito do desgaste com pontas diamantadas e do jateamento na resistência à flexão biaxial e na confiabilidade (módulo de *Weibull*) de cerâmicas de Y-TZP; (2) a susceptibilidade desses materiais a degradação à baixa temperatura. Duas cerâmicas com a mesma composição foram utilizadas para esse estudo: (a) uma formada por grãos pequenos (TZ-3YB); (b) outra por grãos com maiores dimensões (TZ-3YSB); (c) e uma cerâmica contendo alumina (0,25%) em sua composição (TZ-3YS-E), para diminuir a transformação de fase $t \rightarrow m$ durante o envelhecimento. Discos de cada material foram confeccionados e divididos entre seis grupos: (1) desgaste a seco (grão de diamante: 50 μm , 15 s); (2) desgaste a seco (grão de diamante: 150 μm , 15 s); (3) desgaste em água (espessura do grão de diamante: 150 μm , 15 s); (4) jateamento Al_2O_3 (15 s, 110 μm , 4 bar); (5) jateamento + desgaste (grão de diamante: 150 μm), desgaste a seco + jateamento (grão de diamante: 150 μm). Os maiores valores de resistência à flexão foram encontrados nos grupos jateados com óxido de alumínio e nas amostras submetidas inicialmente ao desgaste com pontas diamantadas grossas ou finas + jateamento, independente da cerâmica utilizada. O jateamento também foi o tratamento que promoveu maior modificação de fase na zircônia, sendo os menores valores obtidos para as amostras desgastadas com pontas diamantadas grossas e finas. Foi concluído que embora o módulo de *Weibull* da cerâmica sem jateamento tenha sido maior que o apresentado pela cerâmica jateada, o jateamento aumenta a resistência mecânica das cerâmicas de Y-TZP.

Sabe-se que a área de interface é o local no qual o adesivo interage com dois substratos promovendo sua união. Della Bona et al. (2002) avaliaram se: (a) O tratamento superficial de diferentes cerâmicas com ácido fluorídrico (HF), independente da microestruturas e composição, produziria maiores valores de resistência adesiva ao cimento resinoso; (b) Se o teste de tração é o método mais adequado para análise da interface entre cerâmica e resina. As cerâmicas receberam um dos

seguintes tratamentos: (1) ácido bifluoreto de amônio 10% por 1 min (ABF); (2) ácido fluorídrico 9,6% por 2 min (HF); (3) flúor-fosfato acidulado 4% por 2 min (APF); (4) Agente de união silano. Foram consideradas nesse estudo três regiões: (1) interface entre o adesivo e o cimento resinoso; (2) o adesivo; e (3) interface entre o adesivo e cerâmica (condicionada ou jateada + aplicação do agente de união silano). As superfícies tratadas com o agente de união silano apresentaram valores estatisticamente maiores comparados às superfícies tratadas com qualquer um dos ácidos. O HF produziu maiores médias de tração comparadas ao APF e ABF. Todas as falhas foram adesivas. O teste de tração foi considerado adequado para avaliar a resistência adesiva. A adesão química produzida pelo agente de união silano promoveu maiores médias de resistência adesiva comparada a retenção micromecânica produzida por qualquer um dos ácidos avaliados.

Spohr et al. (2003) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície cerâmica (IPS Empress- Ivoclar Vivadent) na resistência adesiva entre cerâmica e cimento resinoso variando: (1) a aplicação do agente de união silano - com ou sem; (2) o tamanho das partículas durante o jateamento de Al_2O_3 ; (3) o emprego de HF. Os discos foram cimentados com um cimento resinoso e posteriormente termociclados e submetidos ao teste de tração. Os resultados mostraram que após a aplicação do agente silano a média dos resultados das amostras condicionadas com HF 10% foi significativamente maior quando comparada as amostras jateadas. Os resultados mostraram que o uso do agente promotor de união silano melhorou a resistência de união, sendo esse tratamento mais eficaz quando associado ao uso de HF. A aplicação combinada de HF 10% e silano melhoraram a resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

Aboushelib et al. (2008) avaliaram a união do monômero resinoso *10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate* (MDP) à superfície de zircônia, associado a um novo tratamento de superfície,

selective infiltration technique (SIE) combinado a um novo primer experimental. O SIE é um método de tratamento de superfície seletivo infiltrativo (Aboushelib, Felizer, 2006) que utiliza princípios de difusão dos contornos dos grãos induzido pelo calor, para transformar a superfície relativamente lisa e não retentiva da Y-TZP em uma superfície altamente retentiva. Em combinação com esse tratamento usado para pré-estressar essas regiões, elas podem ser mais alargadas aplicando uma camada fina de um vidro (no estado semilíquido) sobre a superfície da zircônia tratada. O vidro penetra seletivamente entre os limites dos grãos superficiais exercendo uma tensão superficial, permitindo movimentos de rearranjo dos grãos superficiais e resultando na criação de uma rede tridimensional de porosidade entre os grãos da zircônia. Assim, a hipótese testada foi a que esse tratamento combinado (SIE+MDP) aumentaria a união do cimento resinoso à zircônia. Para isso, discos de zircônia (Procera Zirconia – NobelBiocare) receberam o tratamento de superfície SIE seguido de cobertura com os cinco *primers* experimentais (Quadro 2). Discos de resina composta previamente envelhecidos (Tetric Ivo Ceram) foram unidos à superfície de zircônia tratada a um cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2.0). Os espécimes *bilayered* foram cortados em palitos e a força de união foi avaliada através do teste de microtração (MTB). Discos de zircônia “*as-sintered*” serviram como controle. Os palitos quebrados foram examinados utilizando MEV.

Quadro 2 - Zircônia *primer* experimental (todos contendo 1% volume de silano funcional em um sistema de solvente álcool/água)

<i>Zirconia primer</i>	Functional silane monomer	Pureza (%)	Fabricante
Primer 1	3-Acryloyloxypropyltrimethoxysilane	95	Celest
Primer 2	3-Isocyanatopropyltrithoxysilane	95	ABCR
Primer 3	Styrylethyltrimethoxysilane	92	ABCR
Primer 4	3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilane	>95	Dow Corning
Primer 5	3-(N-Allylamino)propyltrimethoxysilane	95	ABCR

Fonte: Aboushelib et al. (2008)

A combinação do SIE aos *primers* experimentais aumentou significativamente os valores de resistência de união ($41 \pm 5,8$ MPa). A superfície da zircônia “as-sintered”, tratada com os mesmos *primers*, apresentaram falha espontânea e baixos valores de resistência de união ($2,6 \pm 3,1$ MPa). A análise por MEV revelou que a técnica SIE resultou em uma superfície nano-retentiva capaz de aderir ao adesivo escolhido. Além da modificação superficial, a SIE modificou quimicamente a superfície da zircônia, deixando-a mais reativa para a aplicação do silano.

A partir do estudo realizado em 2008, Aboushelib et al. (2009), avaliaram: (1) o efeito do envelhecimento artificial na estabilidade química entre zircônia/zircônia primer/SIE; (2) o mecanismo de ativação dos *primers* utilizados. Para isso, discos de zircônia (Procera, NobelBiocare) submetidos ao *selective infiltration technique* (SIE), foram cobertos com um dos novos “zircônia *primers*” contendo monômeros reativos e unidos a discos de cimento resinoso (Panavia F 2.0). A Espectroscopia de Infravermelho por Transformação de Fourier (FTIR) foi realizada para examinar a ativação química do “zircônia *primer*”, avaliada a partir do tempo de mistura inicial 0 até 60 min. Os espécimes *bilayered*

foram cortados em palitos para microtração sendo avaliados imediatamente e após 90 dias armazenados (água a 37 °C). O MEV foi realizado para avaliar as superfícies fraturadas. Os resultados listados na Tabela 4 mostraram queda significativa nos valores resistência de união dos espécimes armazenados, para todos os grupos.

Tabela 4 - Resistência adesiva (MPa) e desvio padrão DP (Mpa)

<i>Zirconia primer</i>	Valor inicial	Tipo de falha	Armazenado	Tipo de falha
Primer 1	31 (4,4) ^a	Coesiva	15 (5) ^b	Interfacial
Primer 2	32 (3,9) ^a	Coesiva	18 (8) ^b	Interfacial
Primer 3	28 (2,2) ^a	Coesiva	18 (5) ^b	Interfacial
Primer 4	41(5,8)	Coesiva	17 (4) ^b	Coesiva

Fonte: Aboushelib et al. (2009)

O FTIR sugeriu uma adequada ativação do material experimental após 1 h de manipulação (mistura). A análise de falha dos espécimes revelou falhas interfaciais, indicando que a interface zircônia/cimento resinoso foi o elo mais fraco do conjunto. Esse resultado pode estar relacionado a dois fatores: (1) o efeito hidrolítico da água em interfaces adesivas - os reagentes ativos dos *primers* experimentais são agentes de união silano, utilizados como monômeros promotores de adesão, com a intenção de unirem-se a sílica. Eles são caracterizados por sua metamorfose estrutural como “*monômeros de primers não ativados*” sendo primeiramente fortemente hidrofóbicos, mas durante o período de ativação (hidrólise) eles se transformam em monômeros hidrofílicos tipo silanol que iniciam a reação de oligomerização seguida pela reação de

polimerização com a zircônia e cimento resinoso. Durante a polimerização e simultânea adesão promovida pelo filme siloxano, os silanos (filme siloxano) se tornam hidrofóbico novamente; (2) o “fenômeno de inibição de água” que pode levar ao espessamento da camada de cimento levando ao rompimento dessa união. A água aquecida e tratamentos térmicos são absorvidos por cimentos resinosos e podem levar a polimerização tardia do cimento com MDP. Assim, os novos “zircônia primers” produziram altos valores de resistência adesiva sendo que esses valores foram significativamente reduzidos após o armazenamento. Os resultados levaram os autores a concluir que existe a necessidade da criação de *primers* mais estáveis.

Aboushelib et al. (2010) utilizaram o tratamento de superfície, *selective infiltration etching* (SIE), para modificar a superfície de materiais à base de zircônia deixando-os prontos para a união com cimento resinoso. O objetivo do trabalho foi avaliar: (1) a união zircônia/cimento; (2) a durabilidade dessa união ao usar essa nova técnica. Para isso, 54 discos de zircônia foram confeccionados e divididos em três grupos (N = 18) de acordo o tratamento de superfície recebido: (1) controle – sem tratamento; (2) abrasão com partículas de óxido de alumínio de 50 µm; (3) grupo SIE: a superfície cerâmica foi recoberta com vidro de baixa fusão (65% de Si, 5% de Ti, 15% de Al, 10% de Na e 5% de K). Os discos de zircônia foram unidos a discos de resina (Filtek Z250, 3M ESPE) previamente armazenados em água por 3 meses, com o cimento resinoso (Panavia F 2.0). A resistência adesiva foi avaliada através do teste de microtração sendo que os testes foram repetidos após o protocolo de envelhecimento com: termociclagem (10.000 ciclos entre 5 e 55 °C); armazenamento em água a 37 °C por 4 semanas; armazenamento em água a 37 °C por 26 semanas. A análise de nanoinfiltração com nitrato de prata foi realizada para avaliar a qualidade da interface entre zircônia e cimento resinoso. Os resultados mostraram diferenças significativas nos valores de resistência de união para os três

grupos. O envelhecimento resultou na redução da resistência de união do grupo *as-sintered* e do grupo jateado (5,9 MPa e 27,4 MPa respectivamente). A união do grupo SIE foi estável após o envelhecimento (51,9 MPa). O tratamento de superfície com SIE estabeleceu uma forte, estável e duradoura ligação entre cimento resinoso e zircônia.

Ntala et al. (2010), desenvolveram e testaram a cobertura de uma cerâmica à base de zircônia, com diferentes *glazes*, permitindo que essa superfície fosse condicionada e unida ao cimento resinoso efetivamente. A hipótese testada foi que a resistência de união (cisalhamento) aumentaria pela aplicação do *glaze* na superfície de cimentação da zircônia. Foram confeccionados discos de zircônia divididos em 5 grupos apresentados no Quadro 3.

Quadro 3 - Tratamento de superfície utilizado para cada grupo

Grupos	Tratamento
G 1	Controle – apenas jateado
G 2	Hidroxiapatita (10%) misturada com <i>glaze</i> P25 (90%)
G 3	IPS Empress 2 glass-ceramic (20%) com IPS e.max Ceram <i>glaze</i> (80%)
G 4	IPS Empress 2 glass (20%) misturado com e.max Ceram <i>glaze</i> (80%)
G 5	IPS Empress 2 glass (30%) misturado com IPS e.max Ceram <i>glaze</i> (70%)

Fonte: Ntala et al. (2010)

A espessura do *glaze* aplicado foi verificada com a ajuda de um micrômetro. Após a sinterização, foi aplicada uma camada do agente de união silano (Monobond-S) e foi realizada a cimentação com o

cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar-Vivadent). Os espécimes foram armazenados em água durante 7 dias e testados através do teste de cisalhamento. Os resultados de resistência de união estão apresentados na Tabela 5:

Tabela 5 - Resistência adesiva (MPa) e desvio padrão (DP)

Grupo	Média (Mpa)	DP (MPa)
G 1	7,7 ^{a,b}	3,2
G 2	5,6 ^b	1,7
G 3	11,0 ^c	3,0
G 4	8,8 ^{a,c}	2,6
G 5	9,1 ^{a,c}	2,6

Fonte: Ntala et al. (2010)

A análise de falha dos espécimes foram classificadas como: Grupo (1): (a) 72% de falha na interface entre a zircônia e o cimento resinoso; e (b) 28% de falhas mistas na interface e coesiva no cimento resinoso. Grupo 2: (a) 60% falha na interface entre o *glaze* e o cimento resinoso; (b) 40% de falhas mistas - adesiva entre o *glaze* e a zircônia e interfacial entre o *glaze* e a resina. Grupo 3: (a) 68% de falha coesiva entre o *glaze* e o cimento resinoso, (b) 32% de falhas mistas: interfacial entre o *glaze* e o substrato e coesiva no cimento resinoso. Todas as falhas dos Grupos (4) e (5) foram coesivas entre o *glaze* ou no cimento resinoso. A aplicação de um novo *glaze* contendo uma maior fase de dissilicato de lítio pode ser um passo para aumentar a união da zircônia ao cimento resinoso.

Cattel et al. (2009), desenvolveram e testaram a técnica *overglaze* para aplicação na superfície de cimentação de cerâmicas

odontológicas (permitindo assim o condicionamento com HF e a cimentação adesiva dessa cerâmica). Para isso, três materiais *overglaze* foram desenvolvidos. Os dois vidros comerciais selecionados foram o P25 e P54 (Pemco Corp). A composição do *glaze* (P25/P54): 90% de P25 misturado com 10% de P54; Segundo *glaze* (P54/P25): 90% de P54 misturado com 10% de P25; Terceiro *glaze* (P25/frit): 90% de P25 e 10% de um alumino silicato experimental. Quarenta discos cerâmicos a base de leucita foram produzidos e divididos em 4 grupos: (1) controle - jateamento com óxido de alumínio 50 µm; (2) cobertura com P25/frit dissolvido em água destilada; (3) cobertura com P25/P54 dissolvido em água destilada; e (4) cobertura com P54/P25 dissolvido em água destilada. O material *overglaze* foi aplicado com auxílio de um pincel com leve vibração e foi sinterizado. Todas as superfícies foram condicionadas com HF 9,5%, e cilindros de compósitos (Marathon®) foram fotopolimerizados e cimentados às superfícies das cerâmicas glazeadas. Os grupos foram avaliados através do ensaio de cisalhamento. Para o teste de resistência à flexão, discos (N = 42) foram divididos em dois grupos: (1) testado após o jateamento (grupo controle); e (2) após a cobertura da superfície de tensão com P25/frit dissolvido em água destilada. Os resultados de cisalhamento e resistência a flexão estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Resultados de cisalhamento e flexão biaxial

Cisalhamento		Resistência a Flexão Biaxial		
Tratamento	Média e DP (MPa)	Tratamento	Média e DP (MPa)	Coef. de variação
Grupo 1 (Jateamento)	10,7 (2,1) ^a	Grupo 1 (jateado)	150,4 (14,3)	9,5
Grupo 2 (P25/frit overglaze)	9,8 (1,9) ^a	Grupo 2 (overglaze)	200,2 (22,9)	11,4
Grupo 3 (P25/P54 overglaze)	1,8 (1,0) ^b			
Grupo 4 (P25/P54 overglaze)	2,6 (1,7) ^b			

Fonte: Cattell et al. (2009)

Os valores de resistência adesiva para os grupos (1) e (2) foram estatisticamente diferentes dos apresentados pelos grupos (3) e (4) ao utilizar o teste de comparação múltipla de Tukey. O resultado de resistência a flexão biaxial indicou uma diferença significativa entre o grupo (1) (jateado) e o grupo (2) (P25/frit). A espessura do *glaze* para os espécimes do grupo (2) foi $0,066 \pm 0,02$ mm. Não houve correlação entre a espessura do *glaze* e a resistência a flexão. A microscopia de luz dos grupos (3) e (4) mostrou uma profusão de bolhas dentro do *glaze* em ambos os casos. Após o cisalhamento os grupos apresentaram grupo (1) 100% de falhas coesivas no substrato vitrocerâmico; 80% do grupo (2) apresentou falha coesiva sendo o restante uma mistura de falhas coesivas e adesivas. Os grupos (3) e (4) produziram 100% de falhas adesivas na interface entre *glaze* vitrocerâmico e cimento resinoso. Os grupos com *glaze* e condicionados (3 e 4) apresentaram superfícies mais finas comparadas aos (1 e 2). A partir dos resultados foi possível concluir que o P25/*overglaze* aumentou significativamente os resultados de

resistência à flexão biaxial da cerâmica vítrea a base de leucita e produziu resultados de cisalhamento comparáveis aos do grupo controle.

Kitayama et al. (2009), avaliaram a resistência de união entre cimento resinoso (dois tipos) e zircônia (tratadas ou não com a técnica *Internal Coating technique* - INT) comparado a união entre cimento resinoso e cerâmicas à base de sílica. Assim, 56 discos de zircônia (Cercon Base) e 28 discos de cerâmica à base de sílica (GN-1 Ceramic Block) foram divididos em três grupos e tratamentos apresentados no Quadro 4:

Quadro 4 - Tratamento de superfície e tipo de falha

Tratamento de superfície		Cimento	Silano	Falha	
				A	M
Cercon Base (Zr)	Polimento, Jateamento com óxido de alumínio (JOA)	PF	-	4	3
			+	0	7
		SB	-	0	7
			+	0	7
Cercon Base + JOA + INT (INT)	Polimento + JOA + cobertura com uma camada da cerâmica a base de sílica de $\pm 100 \mu\text{m}$ (INT)	PF	-	4	3
			+	2	5
		SB	-	2	5
			+	0	7
GN-1 + JOA (GN-1)		PF	-	3	4
			+	0	7
		SB	-	2	5
			+	0	7

Fonte: Kitayama et al. (2009)

Espécimes em cada grupo (N = 7) foram pré-tratados seguindo os seguintes protocolos: sem pré-tratamento (-); condicionamento e aplicação de agente de união silano (+); cimentação com um dos dois cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (PF) ou Superbond C&B (SB). As falhas foram caracterizadas em adesivas entre a cerâmica e o cimento resinoso (A) ou uma mistura de falha adesiva e coesiva no cimento resinoso (M). A média (MPa $\pm$ DP) foi: (1): $10,7 \pm 2,1$; (2): $9,8 \pm 1,9$; (3): $1,8 \pm 1,0$; (4): $2,6 \pm 1,7$. Os grupos (1 e 2) foram estatisticamente diferentes dos grupos (3 e 4). Para o PF, os grupos com silanização aumentaram significativamente a resistência de união comparada ao grupo sem silanização em cada cerâmica. A técnica INT (+) apresentou resistência de união significativamente mais alta comparado ao Zr/ (+). Por outro lado, não houve diferença significativa entre INT/ (+) e GN-1/ (+). Para o SB, a silanização aumentou significativamente a união comparado aos grupos sem silanização em INT e GN-1, entretanto, a silanização não foi efetiva para a Zr. INT(+) apresentou maiores valores que o Zr/(+) e GN-1(+). Sendo assim, os autores puderam concluir que o tratamento de superfície da zircônia utilizando a técnica de cobertura INT seguido de silanização pode aumentar à união do cimento resinoso a zircônia.

Vanderlei et al. (2014) avaliou diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP na resistência de união, durabilidade e discrepância marginal de infraestruturas de zircônia. Para isso, foram confeccionados 144 corpos de prova de zircônia, que foram divididos em 6 grupos, conforme o tratamento de superfície: (1) sem tratamento - controle; (2) jateamento com partículas de alumínio revestidas por sílica (silicatização); (3) vitrificação 1 - *Glaze Spray* VITA AKZENT, condicionamento com ácido fluorídrico (HF -1 min); (4) vitrificação 1 - *Glaze Spray* VITA AKZENT, silicatização; (5) vitrificação 2 - *Glaze* VITA AKZENT, condicionamento com HF (1 min); (6) vitrificação 2 - *Glaze* VITA AKZENT, silicatização. As superfícies foram silanizadas por 5 minutos e

cimentadas com o cimento resinoso. Metade dos espécimes de cada tratamento foi ensaiada 24 h após cimentação (grupo seco) e a outra metade foi submetida à armazenagem e termociclagem (150 dias e 12.000 ciclos respectivamente). O teste de união realizado foi o de cisalhamento. Para a análise de adaptação marginal foram confeccionadas 60 infraestruturas nas quais foram realizados os mesmos tratamentos de superfície. Os resultados mostraram que tanto na condição “seco” como na condição “termociclado” os grupos que receberam tratamento de superfície via vitrificação (vitrificação 1 e vitrificação 2) apresentaram resultados mais altos de resistência de união comparada ao grupo controle (Tabela 7).

Tabela 7 – Tratamentos aplicados e resultados de (RA) e (FPT) para os grupos imediatos (I) e armazenados (A)

Grupos	Tratamento	Condição	PTF	RA (MPa)
1	Controle	I	0	2,28 (1,20) ^D
7		A	12	0,01 (0,00) ^C
2	Silicatização	I	0	7,89 (2,64) ^C
8		A	3	2,20 (1,81) ^{bc}
3	Vitrificação 1+ HF	I	0	13,33 (4,07) ^{AB}
9		A	0	9,28 (2,72) ^a
4	Vitrificação 1 + silicatização	I	0	9,24 (1,89) ^{BC}
10		A	0	4,72 (1,17) ^b
5	Vitrificação 2 + HF	I	0	17,77 (5,53) ^A
11		A	0	12,54 (4,20) ^a
6	Vitrificação 2 + silicatização	I	0	12,47 (4,30) ^{BC}
12		A	0	9,80 (2,85) ^a

Fonte: Vanderlei et al. (2014)

As maiores discrepâncias marginais foram observadas no grupo que recebeu a “vitrificação1+silicatização”; “vittrificação 1 + HF”, “vittrificação 2 + silicatização” e “vittrificação 2 + HF” respectivamente ($117,36 \pm 29,61 \mu\text{m}$, $110,35 \pm 17,82 \mu\text{m}$, $109,45 \pm 10,33 \mu\text{m}$ e $105,78 \pm 12,23 \mu\text{m}$) comparados aos grupos “sem tratamento” e “silicatização” respectivamente ($55,29 \pm 8,71 \mu\text{m}$ e $55,04 \pm 8,55 \mu\text{m}$). O novo tratamento de superfície proposto modificou a morfologia da cerâmica Y-TZP melhorando sua adesão ao cimento resinoso, porém, a discrepância marginal aumentou.

Everson et al. (2012), avaliaram a aplicação de uma cobertura intermediária de vidro na superfície da zircônia na resistência adesiva entre um cimento resinoso (com base de metacrilato) e substrato cerâmico. Para isso, 110 discos de zircônia (LAVA) foram confeccionados e divididos em 11 grupos (A-K) sendo o Grupo A o controle, que recebeu apenas o jateamento com o Cojet (3M) (Tabela 8).

Tabela 8 – Espessura do *glaze* e divisão dos grupos

Espessura do <i>glaze</i> (μm)		
Cerâmica	Média (DP)	Grupo
Lava(Y-TZP) (3M)	140	A
		NC* C**
Vitadur Alpha (Vita)	120 (20)	B G
Noritake Cerabien (Noritake)	130 (20)	C H
Ivoclar Emax Ceram (Ivoclar)	150 (30)	D I
Vita VM9 (3M)	140 (10)	E J
Lava Ceram (3M)	140 (20)	F K

NC*: Grupo não ciclado e C**: Grupo ciclado 1800 ciclos de 5 e 55 °C
 Fonte: Everson et al. (2012)

Cinco tipos de *glaze* foram aplicados na superfície da cerâmica, condicionados com HF 10% e receberam uma camada do agente de união silano. Cilindros de cimento resinoso (RelyX Unicem, 3M) foram confeccionados para o ensaio de cisalhamento. Dois tipos de armazenamento foram realizados: sem armazenamento (NC) e termociclagem (C). Os resultados mostraram que todas as técnicas de aplicação de *glaze* resultaram no aumento significativo da resistência adesiva. Imagens de MEV mostraram que os tipos predominantes de falha foram: (1) mista; (2) coesiva da cerâmica de cobertura; (3) adesiva entre a cerâmica de cobertura e a zircônia. Todas as superfícies que receberam o *glaze* demonstraram modificações após o condicionamento ácido. A cerâmica Vitadur-alpha, apesar de ser microestruturalmente mais amorfa, demonstrou padrões de condicionamento consistentes com a dissolução seletiva, com poros e falhas. O restante das cerâmicas de cobertura apresentaram uma mistura de fases e demonstraram padrões de falhas consistentes com o condicionamento. Assim, os autores concluíram que a técnica utilizada resultou em um aumento significativo na resistência de união entre cimento/zircônia quando realizado o ensaio de cisalhamento comparado ao tratamento triboquímico.

Cura et al. (2012), avaliaram a resistência adesiva entre: (1) silano / adesivo / cimento resinoso; e entre (2) zircônia primer / cimento resinoso; com ou sem aplicação de *glaze* e antes e após o envelhecimento. Discos de zircônia (N = 80) foram divididos entre os grupos e tratamentos listados na Tabela 9. Metade dos espécimes foi submetida a 5000 ciclos de termociclagem (5 °C a 55 °C). A resistência adesiva foi calculada (MPa) e as falhas foram analisadas.

Tabela 9 - Resistência adesiva (RA)

Grupo	P 1	P 2	P 3	P 4	P 5	RA (MPa)
1	<i>Glaze</i>	HF + Agente neutralizante	Silano + adesivo	Variolink II	NC	9 (1,3) ^a
2					C	7,4 (1,7) ^a
3	<i>Sem glaze</i>		Silano + adesivo	Variolink II	NC	2,4 (1,7) ^{BC}
4					C	1,7 (1,4) ^{B,C}
5	<i>Glaze</i>	HF + Agente neutralizante	Zircônia primer	Multilink Automix	NC	4,9 (1,1) ^B
6					C	3,7 (0,6) ^B
7	<i>Sem glaze</i>		Zircônia Primer	Multilink Automix	NC	10,9 (1,7) ^A
8					C	8,2 (1,9) ^A

Fonte: Cura et al. (2012)

A média de resistência adesiva e a diferença entre os grupos estão demonstrada na Tabela 9. A aplicação da camada de *glaze* aumentou significativamente a resistência adesiva no grupo “silano / adesivo / Variolink II”, mas nenhum efeito significativo foi encontrado no grupo “zircônia primer / Multilink Automix”. Porém a interação foi significativa (Dunnet-T3). No grupo “Variolink II” o *glaze* aumentou a resistência adesiva quando comparado ao grupo “sem *glaze*”. No grupo cimentado com “Multilink Automix” o “com *glaze*” apresentou resultados significativamente baixos de resistência adesiva. Na zircônia com *glaze*, a combinação o “silano / adesivo / Variolink II” não diferiu significativamente do grupo “zircônia primer / Multilink Automix” para a zircônia sem *glaze*. A termociclagem não diminuiu os resultados em nenhum dos grupos. A análise de falhas revelou falhas exclusivamente adesivas nos grupos sem *glaze*, porém predominantemente mistas nos grupos com *glaze*. A espessura da camada de *glaze* variou entre “6,9 e 8,9 μ m” em todos os espécimes. Os autores puderam concluir a partir dos resultados que: A combinação “silano (Monobond S) / adesivo (Heliobond) / Variolink II” +

glaze resultou em uma boa adesão a zircônia ($9,3 \pm 1,3$ MPa) porém, o grupo “zircônia primer / Multilink Automix” resultou em melhores resultados de resistência adesiva ($10,9 \pm 1,7$ MPa).

Bottino et al. (2014) avaliaram o efeito de: (1) dois tratamentos de superfície (Vi: vitrificação com *glaze* + HF + silano ou tratamento triboquímico com Rocatec®); (2) do envelhecimento (envelhecido ou não); e (3) dois cimentos resinosos (PF: Panavia F ou CC: Clearfil), na adesão (cisalhamento) entre dentina e 3Y-TZP. Os grupos foram: (1) Si + PF; (2) Si + PF + envelhecimento; (3) Si + CC; (4) Si + CC; (5) Vi + PF; (6) Vi + PF + envelhecimento; (7) Vi + CC; (8) Vi + CC + envelhecimento. Para análise estatística, foi aplicado o *Three-way ANOVA* e *Tukey test*. Os tratamentos não afetaram a resistência adesiva a 3Y-TZP ($p = 0,762$, Vi = Si), enquanto o cimento resinoso ($p < 0,001$, Panavia > Clearfil) e o envelhecimento ($p = 0,006$, sem envelhecimento > envelhecido) apresentaram diferença estatisticamente significativa. A maioria das falhas foram classificadas como adesivas na interface dentina-cimento. Os autores concluíram que quando a cerâmica 3Y-TZP é unida à dentina, a interface mais fraca é entre a dentina e o cimento resinoso. A interface cimento resinoso/3Y-TZP é menos susceptível a falhas.

Valentino et al. (2012) avaliou a influência da aplicação do *glaze* na superfície da 3Y-TZP para promover a adesão entre zircônia e cimento resinoso. Os grupos avaliados foram: (1) jateamento com $110 \mu\text{m} - \text{Al}_2\text{O}_3$; (2) jateamento com $110 \mu\text{m} - \text{Al}_2\text{O}_3$ + silano; (3) jateamento com $50 \mu\text{m} - \text{Al}_2\text{O}_3$; (4) jateamento com $50 \mu\text{m} - \text{Al}_2\text{O}_3$ + silano; (5) *glaze* + HF; (6) *glaze* + HF + silano; (7) *glaze* + jateamento com $50 \mu\text{m} - \text{Al}_2\text{O}_3$; (8) *glaze* + jateamento com $50 \mu\text{m} - \text{Al}_2\text{O}_3$ + silano. O cimento resinoso de escolha foi o Enforce (Dentsply, Caulk). Para análise estatística, foi aplicado o *One-way ANOVA* e *Tukey test*. A adesão foi afetada pelo tratamento de superfície. Os grupos que receberam o *glaze* apresentaram melhores resultados quando comparado aos grupos

submetidos apenas ao jateamento. O grupo *glaze*+HF apresentou melhores resultados quando comparado a todos os outros grupos. Sendo assim, os autores concluíram que o tratamento da zircônia com *glaze* aumenta significativamente a adesão a zircônia.

2.6 Teste de retenção de coroas (tração)

Rippe et al. (2014) avaliaram a retenção de coroas de zircônia 3Y-TZP cimentadas em molares em função do protocolo de cimentação. Pinos de fibra de vidro foram cimentados e núcleos de resina composta. Infraestruturas de zircônia YTZP foram fresadas e divididas em 6 grupos: (1) cimento - Multilink (Mult) e Relyx ARC (Rel); e (2) tratamento de superfície – álcool (C), silicatização (S) e vitrificação (V). Os outros espécimes foram divididos em 3 grupos cimentados com: (1) Relyx Luting (Ion); (2) Relyx U100 (Self); e (3) fosfato de zinco (Zinc) sem tratamento da zircônia. Todos os espécimes foram termociclados (6.000×). Para a análise estatística foi aplicado o teste de *Kruskal Wallis* e *Dunn*. O cimento Multilink apresentou os maiores valores de retenção, entretanto não foram estatisticamente diferentes do cimento RelyX ARC. O tratamento de superfície foi estatisticamente relevante apenas para o cimento Multilink. A escolha do cimento mostrou ser mais importante que o tratamento de superfície da zircônia.

Amaral et al. (2014) avaliaram o efeito do tipo de substrato coronário (dentina e resina composta) na retenção de coroas cerâmicas de 3Y-TZP em função de diferentes protocolos de cimentação. A cimentação das coroas de 3Y-TZP foi realizada com um cimento resinoso de cura dual contendo MDP. A zircônia foi submetida a 3 diferentes tratamentos de superfície: (1) álcool isopropílico; (2) tratamento triboquímico; (3) *glaze* + silano. Todas as amostras foram submetidas a

termociclagem (6.000×) após 24 h. Para a análise estatística, Two-Way ANOVA foi aplicado. O substrato dentinário apresentou os maiores resultados de resistência à retenção, independente do tratamento de superfície. Quando o substrato foi resinoso, o tratamento triboquímico e a aplicação do *glaze* + silano apresentaram os melhores resultados.

Ernst et al. (2005) avaliaram resistência à retenção de quatro diferentes cimentos unidos a coroas de 3Y-TZP: (1) um compômero; (2) um cimento de ionômero de vidro; (3) cimento de ionômero de vidro modificador por resina; e (4) um cimento autoadesivo. Sendo assim, os grupos avaliados foram: (1) CO, Compolute e EBS Multi; (2) CO/RT, Compolute/EBS Multi/Rocatec; (3) CB Superbond C&B; (4) CB/RT Superbond C&B/Rocatec; (5) CB/PL Superbond C&B/Porcelain Liner M; (6) PA Panavia F; (7) DC Dyract Cem Plus/Xeno III; (8) CH/PL Chemiance II/Porcelain Liner M; (9) RL RelyX Luting; K/C Ketac Cem/ Ketac Conditioner; (10) K Ketac Cem; e RU RelyX Unicem. As coroas dos grupo CO/RT e CB/RT receberam um tratamento triboquímico com Rocatec® antes da cimentação. Sendo CO, CO/RT, CB; CB/RT *resin cement*, CB/PL e PA *resin luting agent*, DC e CH/PL *compomer luting agent*; RL *resin-modified glass-ionomer*; K/C e K *glass-ionomer cement* e RU *self adhesive resin luting agent*. Todas as amostras foram termocicladas (5.000×). Os resultados mostraram que o compômero, o cimento de ionômero de vidro modificador por resina e o cimento autoadesivo apresentaram a mesma qualidade de retenção que os cimentos resinosos Superbond C&B, Panavia F. O tratamento prévio com Rocatec® não melhorou a adesão do Compolute e do Superbond C&B.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos do presente estudo foram:

- a) Caracterizar microestruturalmente uma zircônia *full-contour*;
- b) Avaliar a influência de diferentes tratamento da superfície da zircônia na adesão entre zircônia e *glaze* utilizando o *scratch test*;
- c) Avaliar o efeito de diferentes tratamentos da superfície FCZ na resistência adesiva entre FCZ e cimento resinoso;
- d) Avaliar o efeito da armazenagem na resistência de união entre FCZ e cimento resinoso em amostras submetidas ao teste de cisalhamento;
- e) Avaliar o efeito de diferentes tratamentos da superfície interna de coroas FCZ na força de retenção entre coroa e um material análogo à dentina preparado para coroa total.

Considerando as premissas atuais referente ao tema de pesquisa, as hipóteses conceituais desse trabalho são:

- a) A adesão do *glaze* à superfície FCZ será influenciada positivamente pelos tratamentos de superfície;
- b) A aplicação do *glaze* na superfície da FCZ (com e sem pré-tratamento) deverá aumentar os valores de resistência adesiva entre cerâmica e cimento resinoso;
- c) A armazenagem deverá degradar a resistência de união entre FCZ e cimento resinoso submetidos ao teste de cisalhamento;
- d) O pré-tratamento da superfície interna da coroa de zircônia exercerá um efeito positivo na retenção de coroas FCZ.

4 MATERIAL E MÉTODOS

O presente estudo foi realizado em quatro diferentes centros de pesquisa. A seção 4.1 foi realizada no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, São Paulo, Brasil. A seção 4.2 foi realizada na Indiana University Purdue University – IUPUI, Indiana, EUA e também no IPEN. A seção 4.3 foi realizada no Instituto de Ciência e Tecnologia – UNESP, São José dos Campos, Brasil, na Ivoclar-Vivadent, Buffalo, New York, EUA e também no IPEN. Sendo assim, algumas seções apresentam diferenças inerentes ao centro em que foram executadas sendo consideradas seções individuais abordando e desenvolvendo o mesmo objeto de pesquisa, a adesão à cerâmica FCZ.

4.1 Caracterização da cerâmica FCZ

4.1.1 Preparo das amostras de FCZ

Discos de cerâmica FCZ, indicado para a confecção de coroas monolíticas, (Lot# P02286, Diazir[®], Ivoclar-Vivadent, Amherst, NY, USA) foram cortados em blocos ($10 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$) utilizando um disco diamantado montado em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler Ltd. IL, USA). Os blocos cerâmicos foram sinterizados a 1500°C por 2 h em um forno de alta temperatura (Lindberg/Blue, Asheville, NC, USA) seguindo as instruções do fabricante. As amostras foram polidas (PRESI MECAPOL P220 U) com discos e pastas diamantadas de 9, 6, 3, e $1 \mu\text{m}$

(Préparations Diamantées Mecaprex - Grenoble – France). Todas as amostras foram imersas em álcool isopropílico e limpas em ultrassom por 5 min (Vitasonic, Vita Zahnfabrik, Germany).

4.1.2 Caracterização microestrutural da cerâmica FCZ

A densidade e porosidade da cerâmica sinterizada foram determinadas pelo método de imersão baseado no princípio de Arquimedes (ASTM C 20-00) utilizando as equações. (1) e (2):

$$\rho = (m_s)/(m_u - m_i) \quad (1)$$

$$P = (m_u - m_s)/(m_u - m_i) \times 100\% \quad (2)$$

Onde ρ é a densidade (g.cm^{-3}), P é a porosidade e M_s , M_u e M_i correspondem a massa da amostra seca, úmida e imersa (em gramas), respectivamente.

As amostras sinterizadas e polidas foram submetidas ao tratamento térmico para reverter a transformação de fase ($t \rightarrow m$) produzida durante o procedimento de acabamento e polimento e também para revelar a microestrutura pós sinterização (Lazar et al., 2008) para a análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV, XL30, Phillips, Eindhoven, The Netherlands). O diâmetro do grão da zircônia foi mensurado utilizando o *software* Image J (National Institute of Health, NIH, USA) (Lazar et al., 2008). Análise de difração de raios -X (DRX) (model Multiflex, Tokyo, Japan) foi realizada para identificar as fases

cristalinas (tetragonal/cubica/monoclínica) utilizando radiação CuK α , ângulo de varredura de 5-90°, passo de 0.02° e velocidade de 8 s/passo.

4.1.3 Caracterização mecânica da FCZ

A dureza foi determinada pelo teste de dureza Vickers (VMT-7, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). Três amostras foram embutidas em baquelite e polidas utilizando discos e pastas diamantadas de 9, 6, 3, e 1 μ m (Préparations Diamantées Mecaprex - Grenoble – France). Uma carga de 10 kgf foi aplicada pelo indentador, em seis diferentes áreas da amostra (15 s por área). Os valores foram calculados utilizando a equação (3), onde “P” foi o valor da carga aplicada (N), “d” foi o comprimento da diagonal (m), e “ α ” foi o ângulo entre as faces opostas do indentador (136°) = 1.8544 (Lazar et al., 2008; Lost, Bigot, 1996).

$$H_v = (\alpha \times P) / (d^2) \quad (3)$$

A tenacidade à fratura (K_{IC}) foi calculada pela observação do tipo de trinca observada na cerâmicas durante a indentação. Para esse trabalho foi o cálculo foi realizado seguindo as equações e critérios propostos por Ponton, Rawlings, 1989a, 1989b.

4.2. Caracterização do pó do *glaze*

4.2.1 Preparo da amostra de *glaze* FCZ

Diazir[®] full-contour glaze paste (Lot# P4VM, Ivoclar Vivadent) (pasta do *glaze*) foi seco utilizando uma mufla elétrica (model 1857, Fornitec Indústria e Comércio. Ltda, São Paulo, SP, Brazil) a 200 °C para obtenção do pó do *glaze*.

4.2.2 Caracterização microestrutural do *glaze*

A distribuição do tamanho de partículas foi avaliada utilizando *Dynamic Light Scattering* (DSL, model - Brookhaven Instruments Corporation, Holtsville, NY, USA) e os dados foram determinados utilizando o *software* correspondente (ZetaPlus Particle Sizing Software Ver.4.02, Brookhaven Instruments Corporation, Holtsville, NY, USA). A identificação das fases minerais do *glaze* foi realizada utilizando DRX (Rigaku model Multiflex, Rigaku Corporation, Tokyo, Japan). A interpretação do padrão de DRX foi realizada pela comparação com as fichas ICDD (International Centre for Diffraction Data). A morfologia do pó obtido do *glaze* foi avaliada utilizando MEV (Tabletop, Model TM 3000, Hitachi High-Technologies, Krefeld, Germany).

4.3 Resistência adesiva

4.3.1 Preparo das amostras de FCZ

Discos de FCZ (Lot# P02286, Diazir[®], Ivoclar-Vivadent, Amherst, NY, USA) foram cortados em blocos (10 × 10 × 3 mm³) utilizando um disco diamantado montado em uma máquina de corte

(ISOMET 1000, Buehler Ltd. Lake Bluff, IL, USA). Os blocos de zircônia foram sinterizados a 1500 °C por 2 h em um forno de alta temperatura (Lindberg/Blue, Asheville, NC, USA) seguindo as instruções do fabricante. Os blocos receberam um acabamento para regularização da superfície com uma sequência de lixas d'água (240-1200 grit, LECO Corporation, Saint Joseph, MI, USA), foram limpas em ultrassom com álcool isopropílico por 5 min, enxaguadas com água, secas com um jato de ar e randomicamente divididas em cinco grupos (Quadro 5).

Quadro 5 – Tratamentos de superfície experimentais para avaliação em microscopia eletrônica de varredura (MEV), Microscopia de força atômica (MFA), *Scratch Test* e cisalhamento (SBS)

Grupo	Tratamento de superfície
GL	O <i>glaze</i> foi aplicado na superfície da cerâmica com um pincel, submetido à secagem a 37 °C por 2 h (para evaporações do solvente presente no líquido do <i>glaze</i>), e sinterizado seguindo as instruções do fabricante.
AL+GL	As amostras de zircônia foram jateadas com óxido de alumínio 50 µm (Al ₂ O ₃) (<i>Batch # 3150313</i> , Patterson Dental Supply, Inc., Saint Paul, MN, USA) por 30 s (2.8 bars e distancia de aproximadamente 10 mm). O <i>glaze</i> foi aplicado na superfície como descrito no grupo GL.
CJ+GL	As amostras de zircônia foram jateadas com partículas de óxido de alumínio modificada por sílica (30 µm - CoJet®-Sand, 3M ESPE AG, Seefeld, Germany; Lot# 501661) por 30 s (2.8 bars e distância de aproximadamente 10 mm). O <i>glaze</i> foi aplicado na superfície como descrito no grupo GL.
SP+GL	As amostras de zircônia receberam um tratamento químico com solução Piranha 3:1- Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄) /30% H ₂ O ₂ . O <i>glaze</i> foi aplicado na superfície como descrito no grupo GL.
CJ (controle)	As amostras de zircônia foram jateadas com Cojet® (SiO ₂) por 30 s.

4.3.2 Microestrutura da superfície

Microscopia eletrônica (MEV, JSM-6390, JEOL, Tokyo, Japan) foi utilizada para caracterizar a morfologia de superfície da cerâmica após cada método de tratamento (AL, CJ, SP, GL, AL+GL e CJ+GL). As amostras foram previamente montadas em *stub* metálico e metalizadas com ouro (Au).

4.3.3 Microscopia de força atômica (MFA)

Após cada tratamento, a topografia e rugosidade (R_a) da superfície cerâmica foi caracterizada utilizando um microscópio de força atômica (MFA, Bruker BioScope Catalyst, Santa Barbara, CA, USA). As imagens ($20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}^2$) foram coletadas em modo de força máxima, utilizando pontas RTESPA (Bruker, raio nominalmente 8 nm, $k = 40\ \text{N/m}$), e as micrografias foram interpretadas utilizando um software para análise de dados (Gwyddion TM versão 2.33, GNU, Free Software Foundation, Boston, MA, EUA).

4.3.4 *Scratch test*

A união entre FCZ e *glaze* ($N = 3$; exceto o grupo CJ/sem aplicação do *glaze*) foi avaliada através do *Scratch Test* (ASTM C1624-05) utilizando uma ponta de diamante esférica *Rockwell C* ($200\ \mu\text{m}$) com velocidade constante e carga vertical progressiva que aumentou linearmente de 0 a 30 N. A imagem da falha crítica foi realizada utilizando

um microscópio eletrônico de varredura (MEV), depois que o teste foi realizado. As imagens foram analisadas qualitativamente.

4.3.5 Espessura do *glaze*

Amostras glazeadas foram posicionadas verticalmente em uma matriz que foi preenchida por resina epóxica para que a espessura do cimento pudesse ser observada. A interface zircônia/*glaze* foi avaliada utilizando MEV e a espessura do *glaze* foi mensurada utilizando o *software Image J*.

4.3.6 Cisalhamento (SBS)

Os tratamentos de superfície estão descritos no Quadro 5. Todas as superfícies que receberam a aplicação de *glaze* foram condicionadas com HF5% (Lot# R53559, Ivoclar Vivadent) por 90 s, enxaguadas por 60 s e secas com jato de ar. O agente de união silano (Lot# R50513, Monobond Plus, Ivoclar-Vivadent) foi aplicado nas superfícies tratadas de todos os grupos com um *microbrush* por 1 min e um jato de ar foi aplicado para secar o solvente por 5 s.

Cilindros de cimento resinoso (~ 2,2 mm em altura e 2,38 mm em diâmetro) foram construídos na superfície da cerâmica utilizando um *jig* especial para o teste de SBS (Ultradent, South Jordan, UT, USA). O cimento resinoso (Lot# R25959, Multilink[®] Implant, Ivoclar-Vivadent) foi aplicado no molde e fotopolimerizado (Demi L.E.D. Dental Curing Light, Kerr Corporation, Middleton, WI, USA) seguindo as instruções do fabricante. A intensidade da luz foi avaliada por um

radiômetro (Cure Rite, Curing light meter, Caulk, Dentsply International, Inc., Milford, DE, USA) antes dos procedimentos adesivos ($\sim 1200 \text{ mW/cm}^2$).

Amostras de cada grupo foram divididas em subgrupos ($N = 12/\text{grupo}$): 1) 24 h (sem envelhecimento): os espécimes foram mantidos em água destilada por 24 h à 37°C antes do teste; 2) envelhecimento: os espécimes foram termociclados (15.000 ciclos, 8°C - 48°C , banhos de 30 s e tempo de transferência de 10 s) (Palasuk et al., 2013) e armazenados (os espécimes foram mantidos em água destilada a 37°C por 90 dias antes do teste). A resistência de união de cisalhamento foi avaliada utilizando um *jig* dedicado ao teste (Ultradent) anexado à máquina de ensaio universal (ElectroPuls E3000 All-Electric Test Instrument, Instron Industrial Products, Grove City, PA, USA). A carga foi aplicada na interface adesiva até a falha (1 mm/min). A tensão máxima no momento da fratura foi gravada (MPa).

As superfícies das amostras de FCZ foram examinadas utilizando microscopia óptica e os tipos de falhas foram classificados como: coesiva do cimento resinoso; coesiva da cerâmica; adesiva e mista (Valandro et al., 2005). Adicionalmente, após a metalização, amostras representativas de cada grupo foram avaliadas em MEV.

4.3.7 Análise dos dados

Two-way ANOVA e Tukey's test foram utilizados para avaliar os efeitos do fator tratamento de superfície da zircônia e da armazenagem após o teste de cisalhamento.

4.4 Teste de retenção das coroas FCZ

Para o teste de retenção de coroas, 5 tratamentos de superfície interna das coroas foram escolhidos pré-cimentação, quatro tratamentos que apresentaram resultados de adesão mais estáveis após o teste de cisalhamento (GL, CJ, CJ+GL e SP+GL) e um grupo controle sem nenhum tratamento de superfície (PF - Panavia F, Kuraray).

4.4.1.Confecção dos troqueis de nema G10 e coras FCZ

Foram confeccionados troqueis em resina epóxica reforçada por fibras de vidro (NEMA graduação G10, International Paper, Hampton, SC, EUA), com o auxílio de um torno mecânico, simulando um preparo para coroa total (os desenhos dos preparos em G10 foram realizados utilizando um software de CAD e usinados em um torno CNC, Centro para Inovação e Competitividade do Cone Leste Paulista - CECOMPI, Parque tecnológico de São José dos Campos, SP, Brasil). Os modelos em G10 (troqueis) apresentaram término cervical em formato de ombro com ângulos internos arredondados, espaço de 1,5 mm em toda circunferência para adaptação das coroas, altura de preparo de 6 mm, e as paredes axiais do modelo exibiram uma convergência em direção à oclusal de 20° (Corazza et al., 2013). Um corpo de prova foi levado ao CEREC IN LAB MC XL, sendo a imagem do modelo tomada por meio do scanner interno da unidade de captura e transferida para o Software Inlab 3.60 (Corazza et al., 2013).

4.4.2 Confeção das coroas

Discos de zircônia FCZ foram individualizados utilizando um disco diamantado montado em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler Ltd. IL, USA). Os blocos obtidos possuíam as mesmas dimensões dos blocos de zircônia para CAD-CAM IPSe.max[®] ZirCAD, (MO0 C15L, Ivoclar-Vivadent, Amherst, NY, USA). Esses blocos foram lixados com lixa d'água para regularização da superfície. Em cada bloco foi colado um adaptador para que esse pudesse ser inserido e estabilizado no CAD-CAM.

Coroas contendo retenções na superfície oclusal foram projetadas pelo software (Software Inlab 3.60) e a câmara de fresagem foi utilizada como unidade de corte. Duas brocas usinaram o bloco cerâmico de FCZ zircônia até a obtenção das coroas cerâmicas. As coroas foram seca em uma mufla e sinterizadas (Programat S1, Ivoclar-Vivadent, Amherst, NY, USA) seguindo as instruções do fabricante, conforme previamente descrito (Figura 2).



Figura 2 – Confeção das coroas de FCZ para o teste de retenção de coroas.

4.4.3 Divisão dos grupos e cimentação

As restaurações foram lavadas em banho ultrassônico com álcool isopropílico durante 5 min e divididas aleatoriamente em 5 grupos (Quadro 6) – (CJ), (GL), (PF), (CJ+GL) e (SP+GL).

Como tratamento pré-cimentação, a superfície do preparo (G10) foi condicionada com HF por 1 min e silanizada com agente de união silano (Kelly et al., 2010; Corazza et al., 2013).

Os grupos onde as amostras foram glazeadas [(GL), (CJ+GL), (SP+GL)] foram cimentados utilizando o cimento resinoso Multilink Automix (Lot# S35929, Multilink® Automix, Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein) já o grupo (PF), sem pré-tratamento da superfície FCZ, foi cimentado com um cimento contendo MDP (Panavia™ F, Lot# 051234,

Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japan) seguindo as instruções do fabricantes.

Quadro 6 - Descrição detalhada dos grupos de estudo

Grupo	Tratamento de superfície
GL*	O <i>glaze</i> foi aplicado na superfície das coroas com um pincel.
PF	Foi aplicando o adesivo do cimento resinoso Panavia F (ED Primer A+B) no preparo condicionado. As duas pastas foram espatuladas (A e B) e aplicadas no interior da coroa cerâmica.
CJ+GL*	As coroas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio modificada por sílica (CoJet®-Sand) por 30 s seguido da aplicação do <i>glaze</i> .
SP+GL*	As coroas receberam um tratamento químico com solução Piranha 3:1- Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄) /30% H ₂ O ₂ . O <i>glaze</i> foi aplicado na superfície da cerâmica com um pincel seguido da aplicação do <i>glaze</i> .
CJ	As amostras de zircônia foram jateadas com Cojet® por 30 s.

O cimento foi aplicado na parte interna da coroa, que foi posicionada sobre o respectivo preparo, e então uma carga de cimentação de 750 g foi aplicada na superfície oclusal da coroa durante 1 min. Os excessos de cimento foram removidos da região do término cervical com auxílio de um *microbrush*. O cimento foi fotopolimerizado (Radii-cal LED curing light, SDI, Victoria, Australia) por 40 s em cada face. As coroas foram armazenadas em água destilada a 37 °C durante 24 h e então submetidas à ciclagem térmica (6.000×) e 100 dias de armazenamento em água destilada também à 37 °C.

4.4.4 Ensaio de tração

Após a termociclagem, a coroa e a base do troquel foram incluídas em resina acrílica com o auxílio de um dispositivo de paralelismo junto a um delineador para que o ensaio de tração pudesse ser realizado. Antes do embutimento, a interface adesiva coroa-troquel foi protegida com uma fita para evitar qualquer contato com a resina acrílica utilizada. Todas as amostras foram submetidas ao ensaio de tração, utilizando uma máquina de ensaio universal, com velocidade de 0,5 mm/min utilizando um dispositivo contendo duas juntas universais (para manter o paralelismo) que tracionaram as coroas exercendo uma força uniaxial de tração. As superfícies das coroas de FCZ foram examinadas utilizando um estereomicroscópio (steREO, Discovery.V20, Zeiss) e os tipos de falhas foram classificadas como: (1) predominantemente adesiva; (2) mista; ou (3) coesiva (Figura 3):

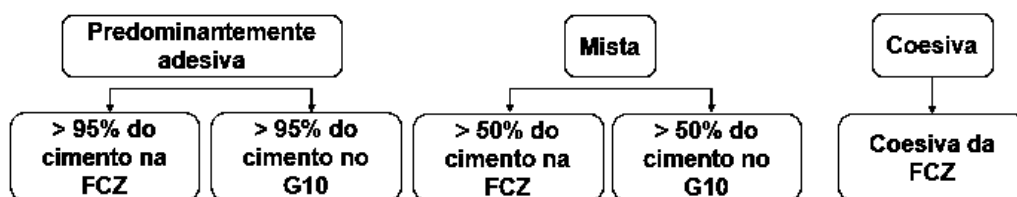


Figura 3 – Tipos de falhas consideradas durante a classificação das falhas após o ensaio de tração.

Adicionalmente, após a metalização (Emitech, CA7625, Carbon Accessory) com liga de ouro até obter uma camada de ouro de 12 nm, amostras representativas de cada grupo foram avaliadas utilizando microscopia eletrônica de varredura (FEI, Inspect S50).

4.4.5 Análise estatística

Foi considerado nesse estudo o fator estratégia de cimentação [(GL), (PF), (CJ), (CJ+GL) e (SP+GL)]. O teste de Kruskal-Wallis e teste de Dunn foram então aplicados para encontrar a diferença entre estas estratégias.

5 RESULTADOS

5.1 Caracterização da cerâmica FCZ

A cerâmica 3Y-TZP apresentou densidade aparente de aproximadamente $6,06 \text{ g/cm}^3$ e densidade relativa de 99,34% do valor teórico ($\rho = 6,1 \text{ g/cm}^3$) enquanto a zircônia pré-sinterizada apresentou densidade aparente de aproximadamente $3,18 \text{ g/cm}^3$ e densidade relativa de 52,13%. A porosidade calculada na zircônia sinterizada foi de aproximadamente 0,19% e na zircônia pré-sinterizada de aproximadamente 0,70%.

O valor de tenacidade à fratura (K_{IC}) foi obtido empregando-se o modelo de formação de trinca de Palmqvist (proposto por Ponton, Rawlings, 1989a, 1989b), geralmente utilizado para materiais que apresentem tenacidade à fratura elevada (Lazar et al., 2008). Já a dureza do material foi calculada de acordo com a Equação 3 (Iost, Bigot, 1996). A tenacidade à fratura foi de $K_{IC} = 5,54 \pm 0,24 \text{ MPa m}^{1/2}$, e a dureza Vickers (Figura 4) apresentou valor de: $H_v = 12,41 \pm 0,07 \text{ GPa}$.

Os grãos mostraram uma distribuição homogênea na superfície sinterizada da zircônia com limites bem definidos (Figura 5) sem a presença de poros. A estrutura cristalina da zircônia foi analisada por DRX e análise de Rietveld. A interpretação dos dados de DRX foi realizada utilizando o ICDD ficha 89-7710 para a fase tetragonal e a ficha 81-1551 para fase cúbica. O programa utilizado para o método de refinamento Rietveld foi o GSAS com interface gráfica EXPGUI. A ficha 99022 foi selecionada para a fase tetragonal e a ficha 72956 para a fase

cúbica (ICSD, Inorganic Crystal Structure Database). Os resultados de XRD mostraram um perfil de estrutura de fase tetragonal (Figura 5A, 5B).

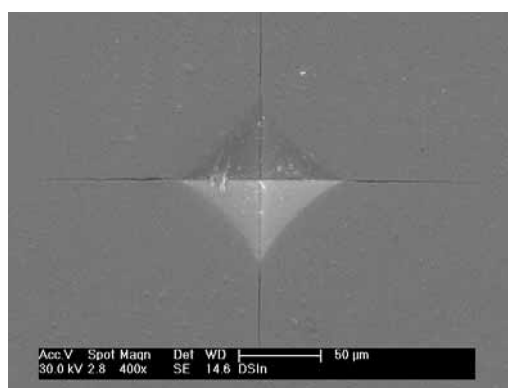


Figura 4 – Micrografia representativa (MEV) da falha formada pela indentação Vickers.

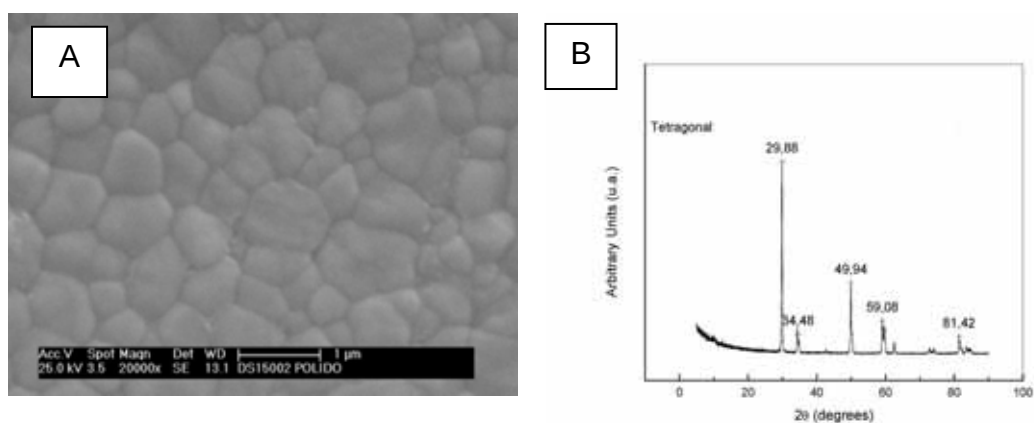


Figura 5 - A) Micrografia da superfície polida e termicamente tratada da FCZ sinterizada à 1500 °C por 2 h; B) DRX da FCZ com picos na fase tetragonal.

5.2. Caracterização do pó do *glaze*

O *glaze* (Figura 6A, 6B) apresentou formato e tamanho irregular, com tamanho de partícula média de 148,51 nm. O DRX (ficha

01-085-1626) (Figura 7) mostrou um padrão de difração característico de um material amorfo com picos correspondentes à fase leucita (DRX).

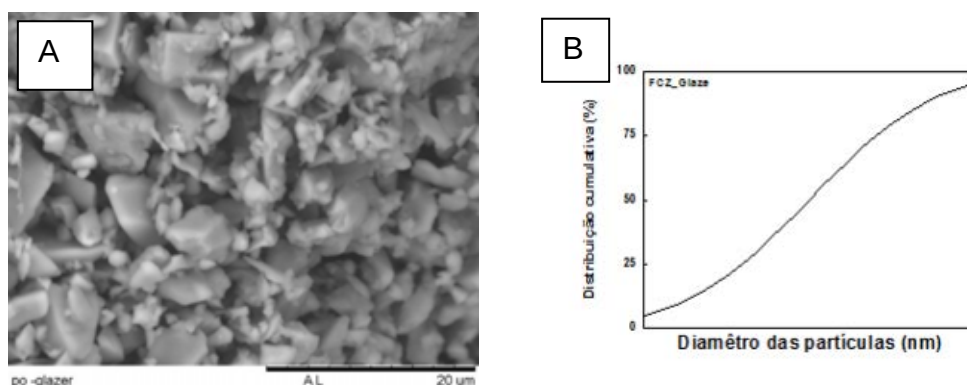


Figura 6 - A) Micrografia do pó do *glaze* mostrando distribuição e formato irregular; B) Tamanho de partícula medido utilizando *Dynamic Light Scattering* (DLS) com partículas com tamanho médio de 148.5 nm.

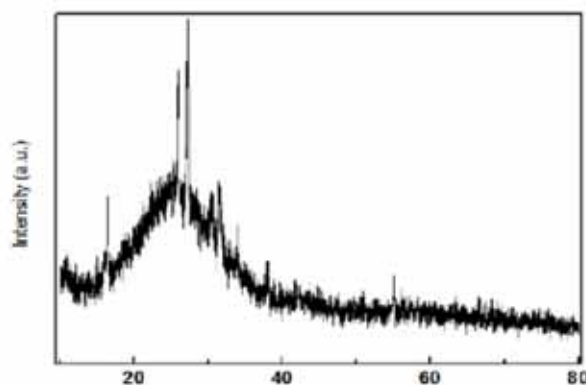


Figura 7 – DRX do *glaze* para identificação das fases minerais.

5.3 Caracterização da adesão

O tratamento químico, com solução piranha, resultou em baixos valores de rugosidade ($0,05 \pm 0,02 \mu\text{m}$), sem defeitos ou *gaps*.

Ainda nesse grupo, ranhuras foram observadas (MEV) na superfície da FCZ, porém claramente resultantes do acabamento com lixas d'água. As amostras glazeadas apresentaram uma topografia lisa (MEV) independente do grupo. De acordo com o MEV (análise qualitativa) e MFA, o jateamento de partículas (Al_2O_3 e SiO_2) gerou superfícies mais rugosas quando comparado ao tratamento químico (SP).

De acordo com os resultados de microscopias (análise qualitativa) (Figura 8) e de rugosidade (MFA - quantitativo) (Figura 9 e Figura 10), o jateamento (Al_2O_3 e SiO_2) produziu uma superfície mais rugosa quando comparado ao tratamento químico com solução piranha. A espessura do *glaze* apresentou valor médio e desvio padrão de $1,86 \pm 0,05 \mu\text{m}$ (Figura 11).

Os padrões de falhas obtidos pelo *Scratch test* (análise qualitativa) mostraram que os grupos (AL+GL), (CJ+GL) e (GL+SP) apresentaram padrões muito semelhantes, classificados como falhas do tipo *conformal crack*, que representa uma falha coesiva no *glaze* (Figura 12).

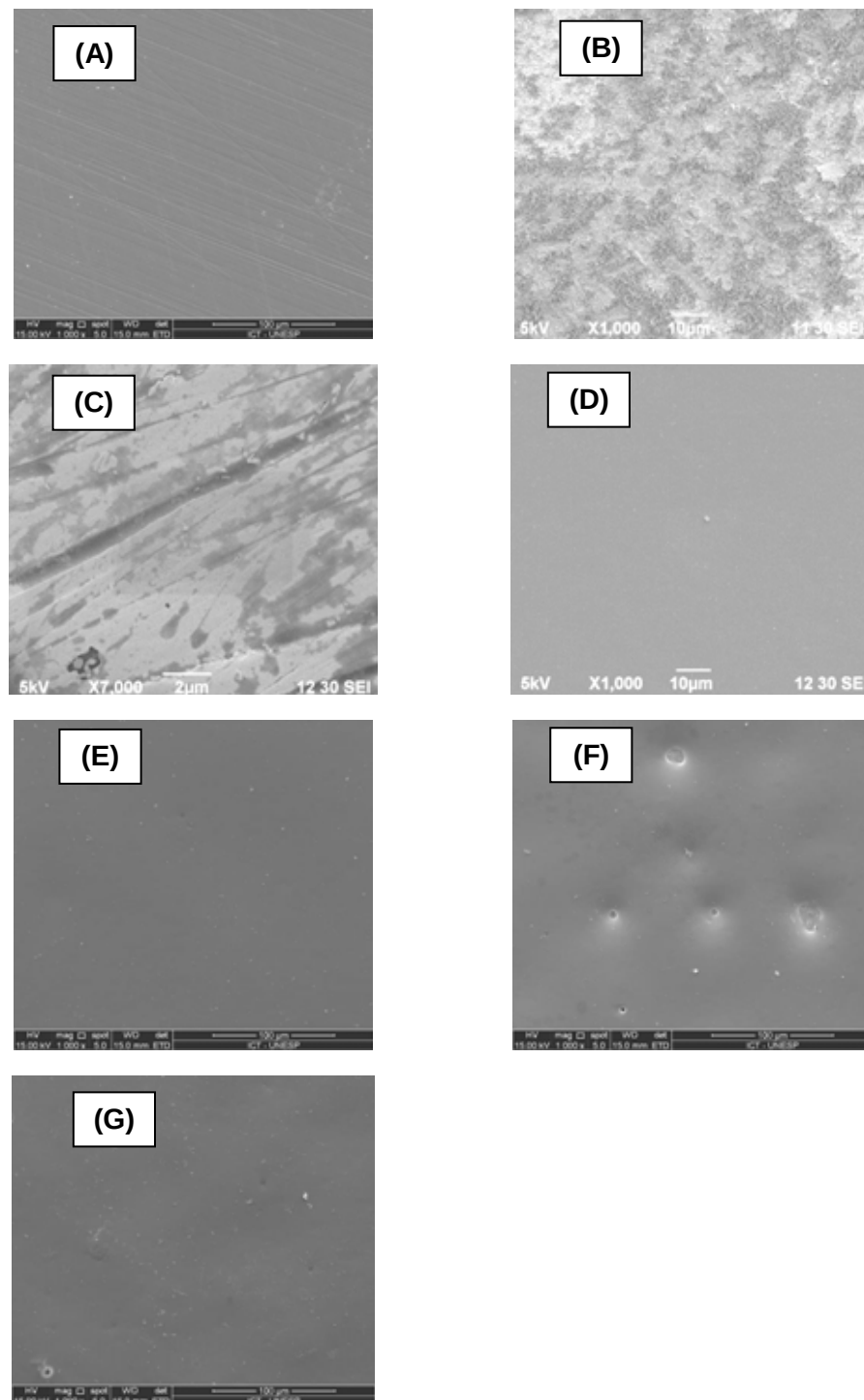


Figura 8 – Imagem representativa em MEV das superfícies de FCZ (20 μm $\times$ 20 μm) após cada tratamento. A) (PL) superfície polida sem tratamento; B) (CJ) jateamento com CoJet[®] 30 μm ; C) (SP) tratamento químico com solução piranha; D) (GL) FCZ após aplicação do *glaze*; E) (AL+GL) FCZ após jateamento com óxido de alumínio e aplicação do *glaze*; F) (CJ+GL) FCZ após jateamento com SiO_2 e aplicação do *glaze*.

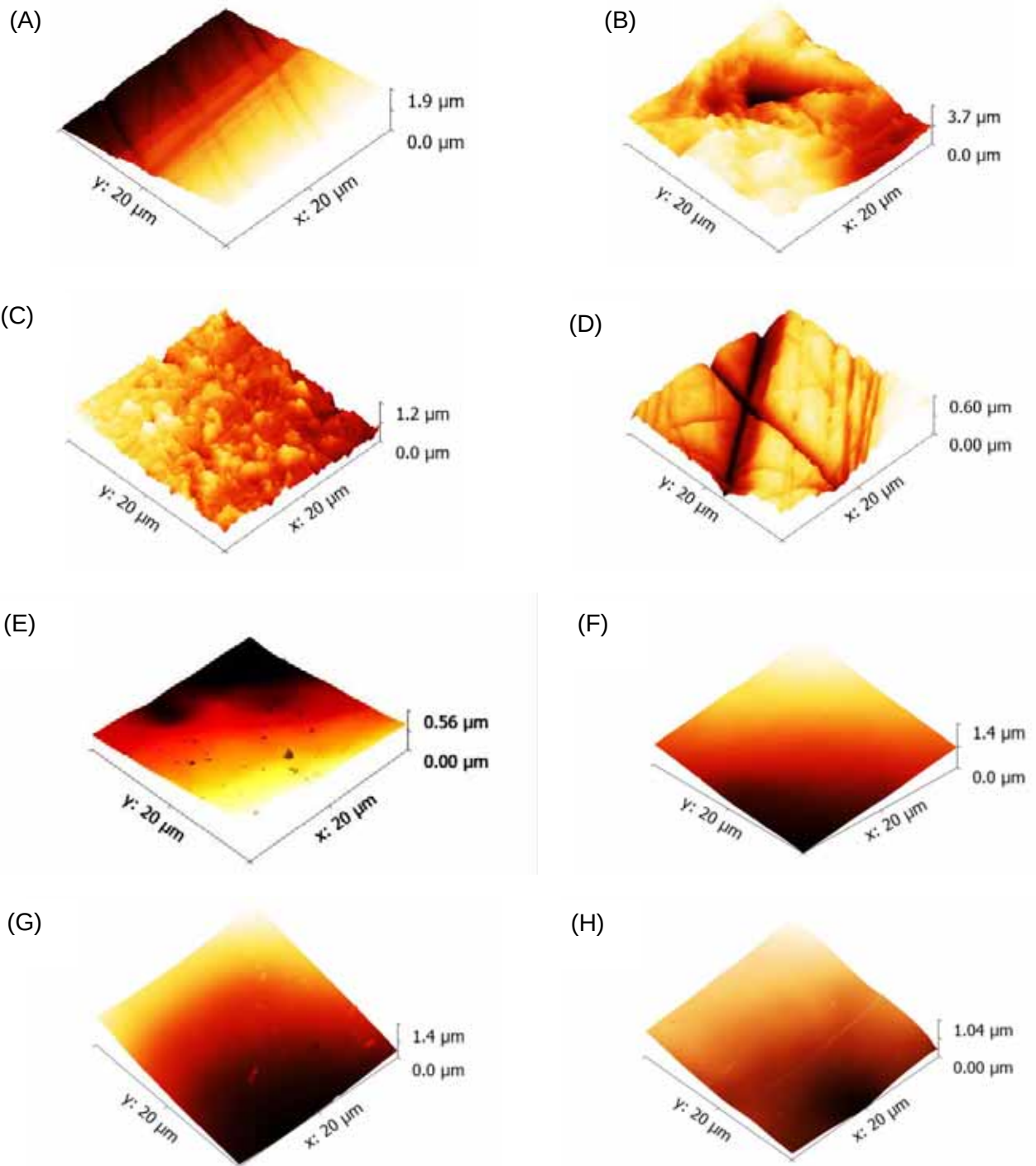


Figura 9 – Imagem representativa em MFA das superfícies de FCZ ($20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$) após cada tratamento. A) (PL) superfície polida sem tratamento; B) (AL) jateamento com óxido de alumínio; C) (CJ) jateamento com CoJet® $30\ \mu\text{m}$; D) (SP) tratamento químico com solução piranha; E) (GL) FCZ após o *glaze*; F) (AL+GL) FCZ após jateamento com óxido de alumínio e aplicação do *glaze*; G) (CJ+GL) FCZ após jateamento com o SiO_2 e aplicação do *glaze*; H) (SP+GL) FCZ após tratamento químico com SP e aplicação do *glaze*.

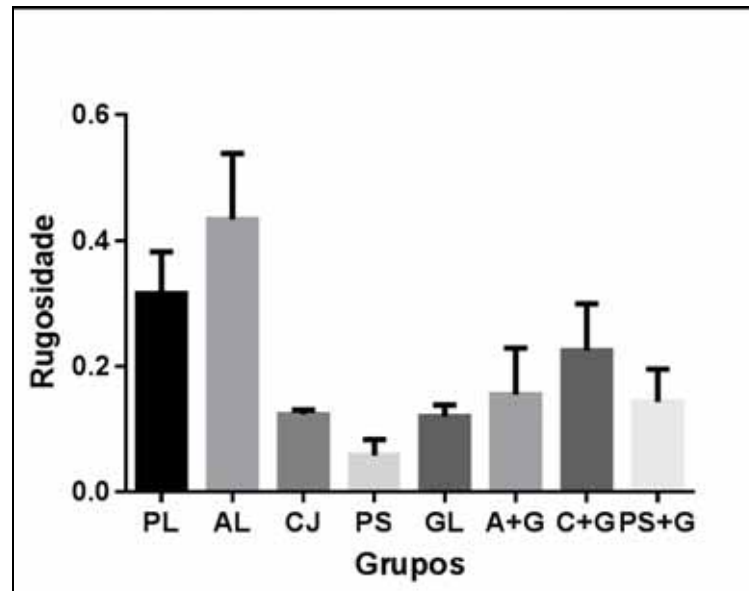


Figura 10 – Resultados de rugosidade superficial (R_a) avaliados por MFA: Média e desvio padrão (DP).

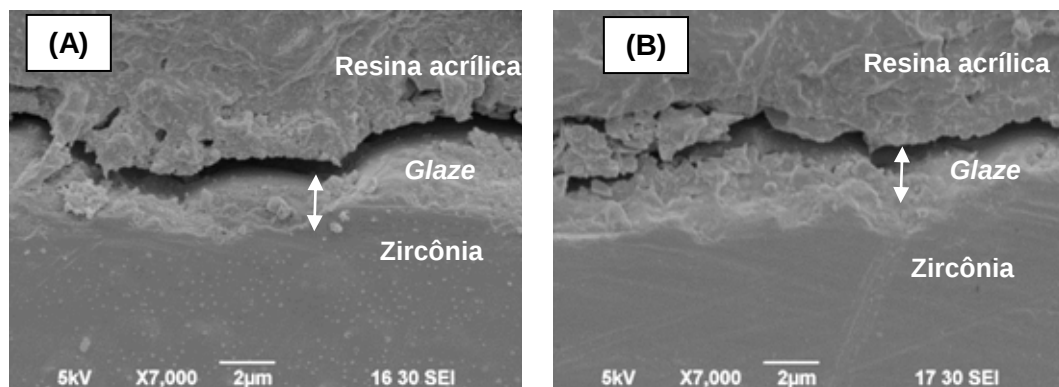


Figura 11 – Microscopia representativa (MEV) de um corte transversal da cerâmica FCZ glazeada mostrando a espessura da camada de *glaze*.

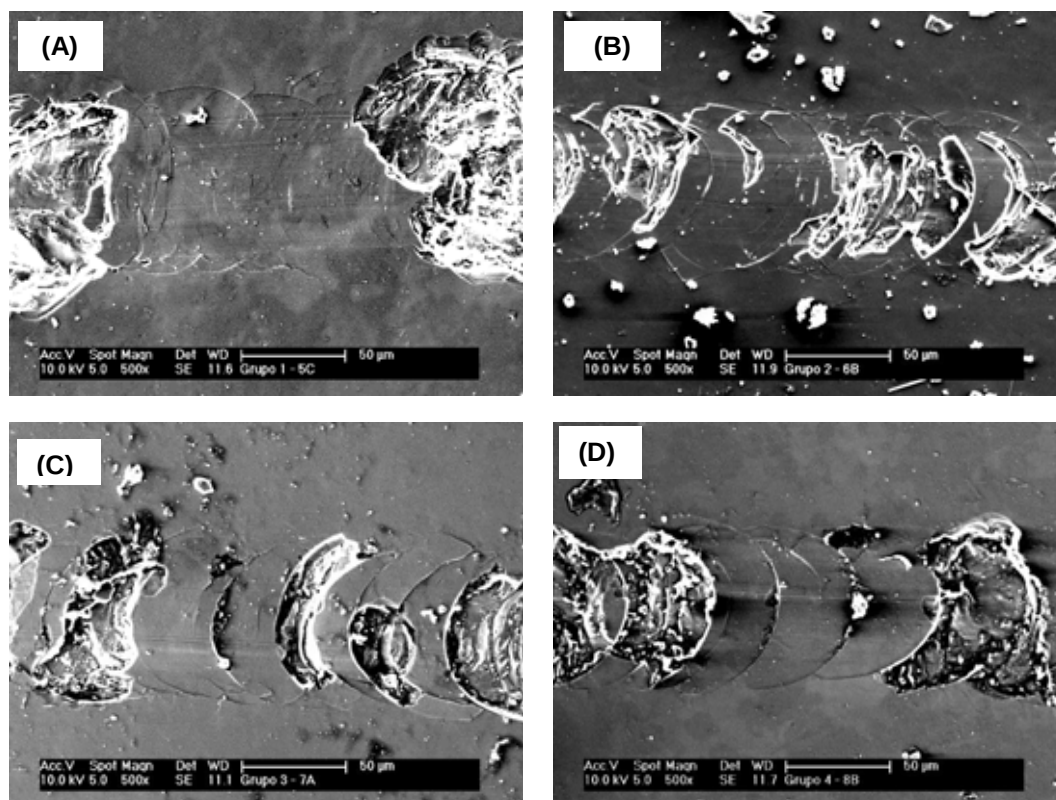


Figura 12 – Micrografias ilustrativas (MEV) do padrão de falha do *Scratch Test* logo após o teste. A) GL; B) AL + GL; C) CJ + GL; D) SP + GL.

Para a condição imediata (pós-24 h), as médias de resistência adesiva (MPa) dos grupos (AL + GL) (27,8) e (CJ + GL) (29,7) foram estatisticamente mais altas seguida pelo grupo (SP + GL) (26,3) (Tabela 10), enquanto os grupos (GL) (18,8) e (CJ) (18,2) apresentaram estatisticamente os menores valores.

Considerando a comparação dos tratamentos de superfície após o envelhecimento, todos os grupos foram semelhantes estatisticamente (Tabela 10).

Comparando o impacto do envelhecimento em cada método de condicionamento, observa-se que somente os grupos (GL) e (CJ) mantiveram resistências adesivas estáveis (nenhuma alteração estatística pós-envelhecimento), enquanto os grupos (AL + GL), (CJ + GL)

e (SP+GL) apresentaram médias de resistência adesiva diminuídas pelo envelhecimento.

Tabela 10 – Média (MPa) e desvio padrão (DP) dos resultados de resistência adesiva entre zircônia e cimento resinoso (letras iguais indicam semelhança estatística; letras diferentes representam diferença estatisticamente significativa)

Grupos	GL	AL+GL	CJ+GL	SP+GL	CJ
24 h	18.8 (8.7) ^{BC}	27.8 (5.0) ^A	29.7 (9.4) ^A	26.3 (6.3) ^{AB}	18.2 (6.1) ^{BCD}
Armazenado	14.3 (7.1) ^{CD}	11.1 (3.8) ^D	16.4 (9.4) ^{CD}	15.9 (3.6) ^{CD}	11.2 (5.4) ^{CD}

Falhas mistas foram predominantes em todos os grupos (Tabela 11 e Figura 13). Falhas adesivas foram apresentadas pelos grupos (GL), (AL + GL) e (SP + GL) e uma falha coesiva do cimento resinoso foi apresentado pelo grupo (CJ).

Tabela 11 – Classificação do tipo de falha (%) dos espécimes submetidos ao teste de cisalhamento

	GL	AL + GL	CJ + GL		SP + GL		CJ		
	mis	mis	mis	ad	mis	ad	mis	ad	coe
24 h	100	100	100		92	8	92	8	
TC + Arm	100	100	85	15	85	15	85	7,5	7,5

Falhas: Mis = falha mista; Ad = falha adesiva; e Coe cem = falha coesiva do cimento

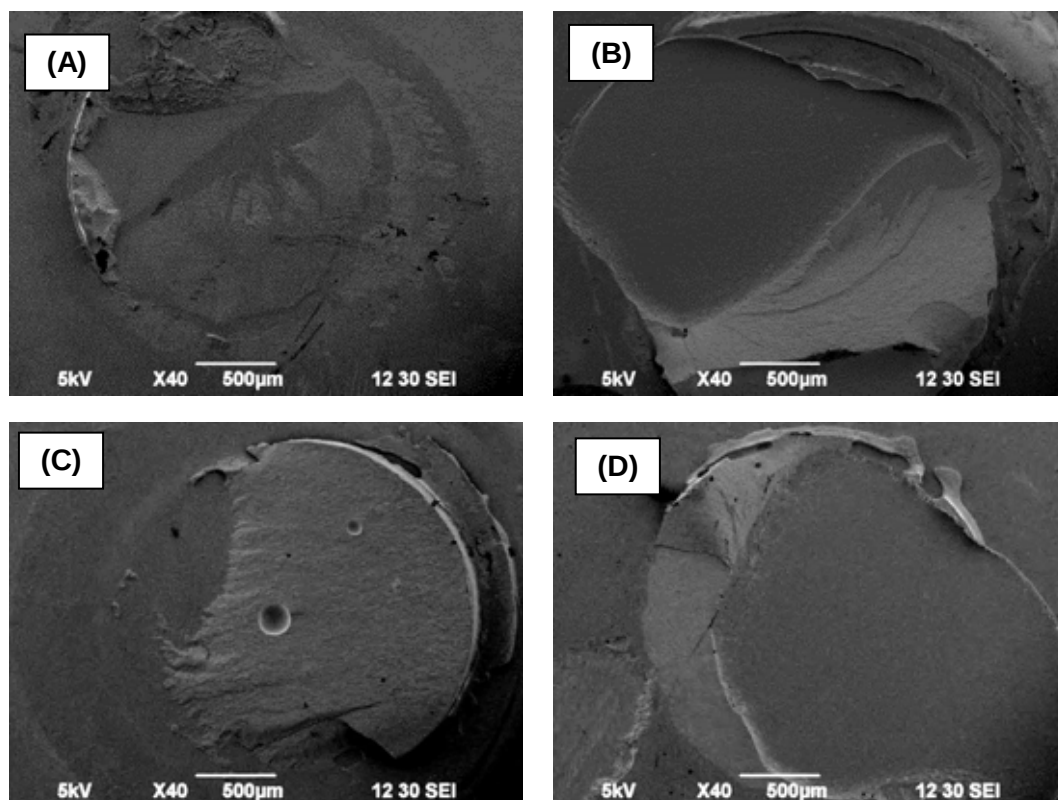


Figura 13 - Micrografias representativas em MEV da superfície de FCZ após o teste de cisalhamento (CJ) (24 h). A) O tipo de falha foi classificada como mista; (SP + GL) (24 h); B) O tipo de falha foi classificada como mista. (CJ) (Armazenado/TC); C) O tipo de falha foi classificado como mista; (SP + GL) (Armazenado /TC); D) O tipo de falha foi classificada como mista.

5.4 Retenção das coroas

Falhas pré-testes ou catastróficas foram observadas em todos os grupos. Os grupos (GL) e (PF) apresentaram as maiores porcentagens de amostras ensaiadas e o grupo (SP + GL) a menor porcentagem. Duas falhas coesivas da zircônia foram registradas, uma no grupo (GL) e uma no grupo (PF), o que corresponde a menos de 2% do total de amostras ensaiadas. Essas amostras foram avaliadas utilizando microscopia eletrônica de varredura (Figuras 14 e 15). Nos grupos (PF) e (GL) foi possível observar a presença de pequenos poros na superfície

fraturada da FCZ, ilustrados na imagem formada com detector de elétrons retroespalhados (BSED) (Figuras 14 e 15).

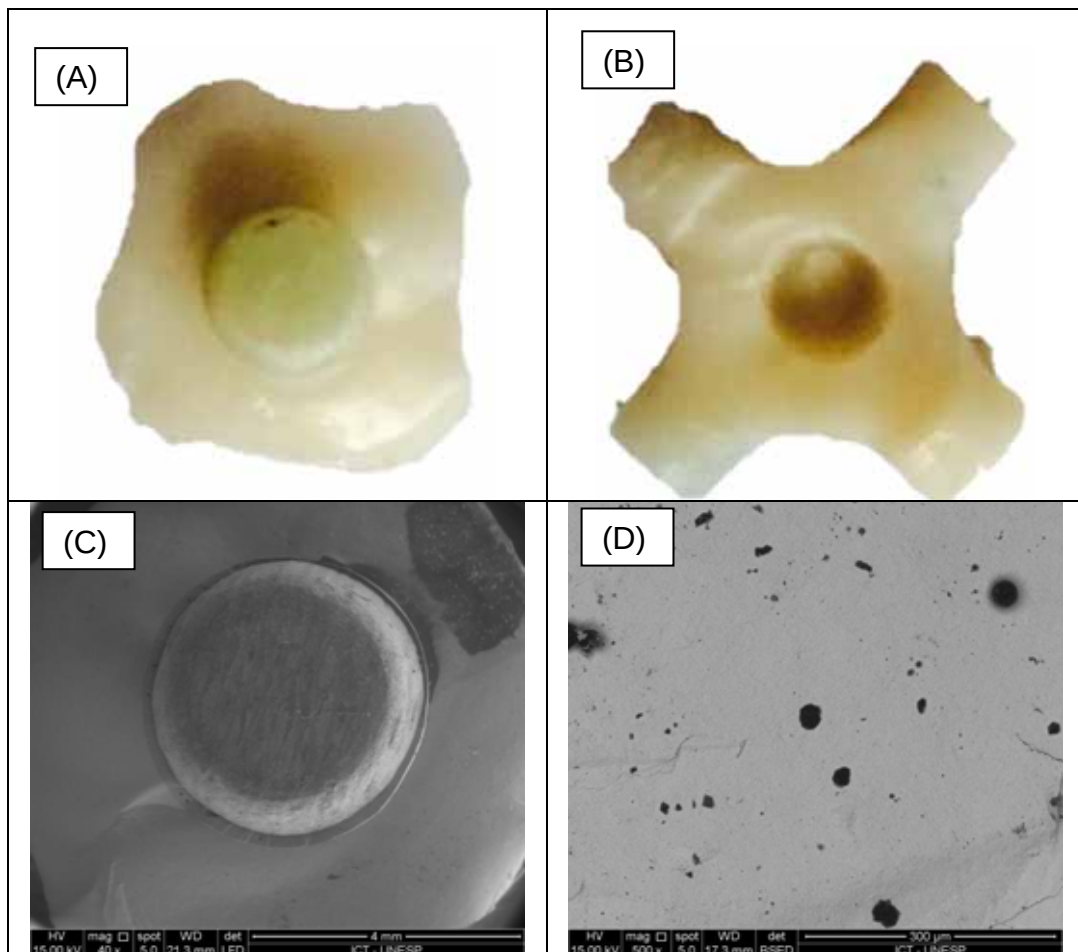


Figura 14 – Grupo (GL). A, B) Falha coesiva após o teste de tração (40×); C) Imagem ilustrativa da coroa fraturada; D) imagem formada a partir dos elétrons retroespalhados (BSED) evidenciando a presença de porosidades na coroa FCZ.

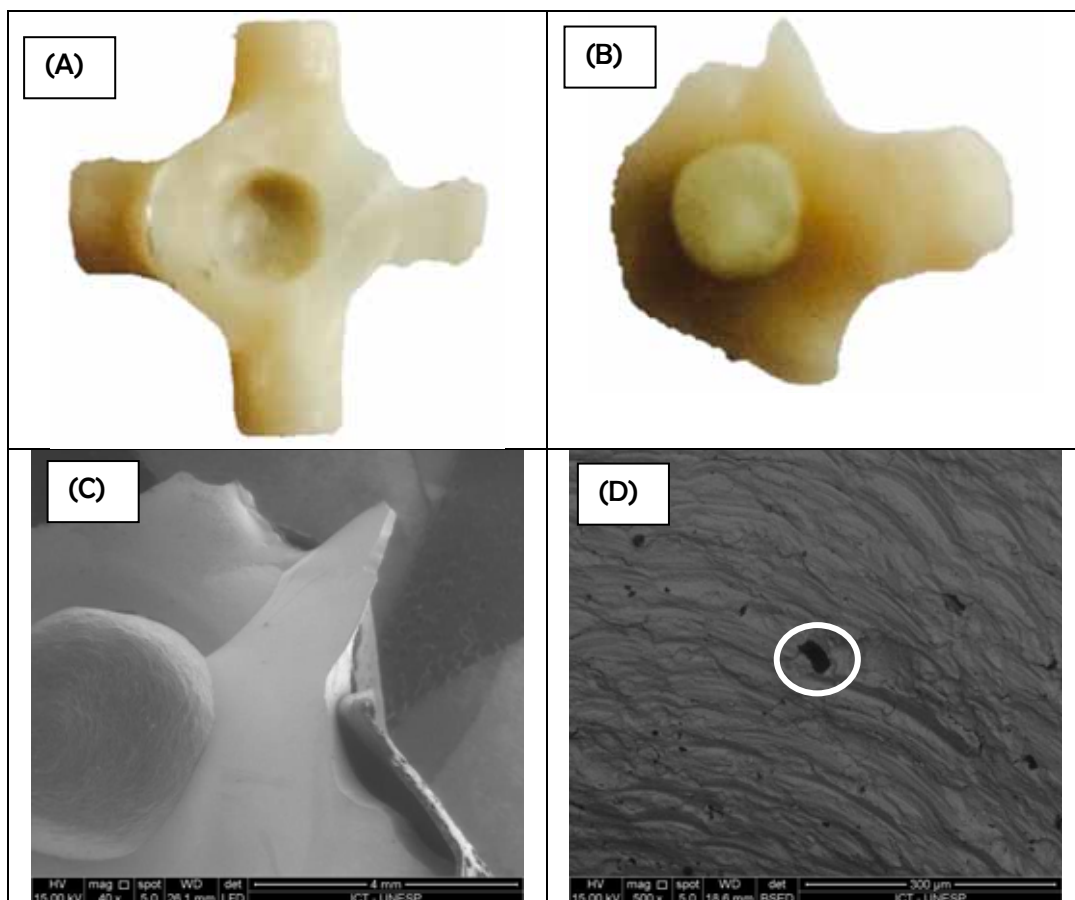


Figura 15 – Grupo PF. A, B) Falha coesiva após o teste de tração (40×); (C) imagem formada a partir dos elétrons secundários (500×); e (D) imagem formada a partir dos elétrons retroespalhados (BSED) evidenciando a presença de porosidades na coroa FCZ.

O grupo (PF) (47,2 kgf) apresentou valores médios (Figura 6) de retenção similares do grupo GL e superiores aos demais grupos. O grupo (SP + GL) (6,7 kgf) apresentou os menores valores de resistência à retenção. Após a classificação do tipo de falhas (Tabela 13 e Figura 17) foi possível observar que o grupo (PF) apresentou maior número de falhas mistas, com o cimento resinoso aderido ao substrato de G10, quando comparado aos grupos (CJ), (GL) e (CJ + GL).

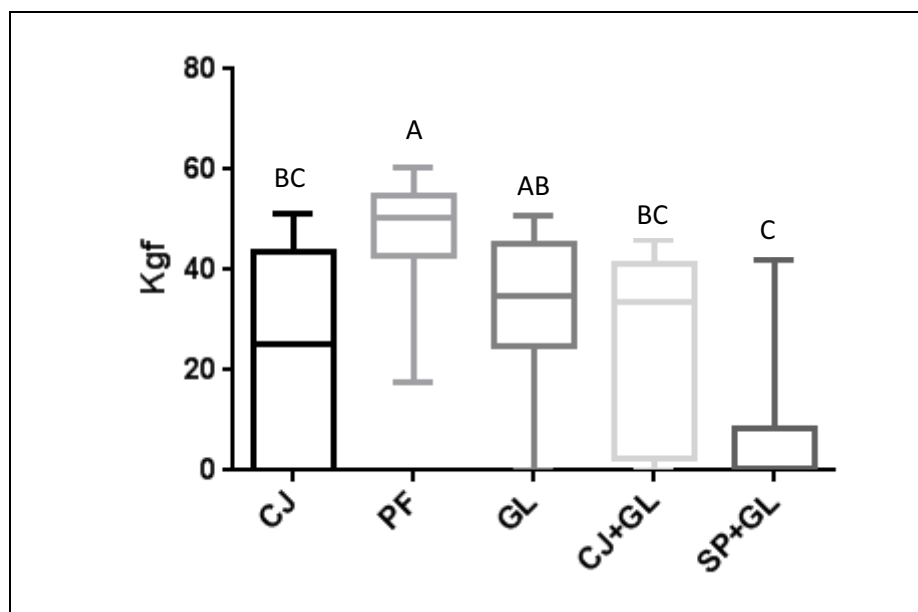


Figura 16 – Box plot dos grupos experimentais submetidos ao teste de retenção de coroas. (CJ) FCZ jateada com óxido de alumínio modificado por SiO_2 (Cojet[®]) seguido da aplicação de uma fina camada de *glaze*; (GL) FCZ com uma fina camada de *glaze*; (CJ+GL) FCZ jateada com óxido de alumínio modificado por SiO_2 (Cojet[®]) seguido da aplicação de uma fina camada de *glaze*; (PF) FCZ sem pré-tratamento superficial e cimentada com um cimento contendo MDP (Panavia F); (SP+GL) FCZ tratada com solução piranha seguida da aplicação de uma fina camada de *glaze*.

Tabela 13 – Classificação do tipo de falha e (%) de falhas pré-teste (FPT)

Falhas	Adesiva		Mista*			Catastrófica da zircônia	FPT**	
	100% do cimento na zircônia	100% do cimento no G10	>50% do cimento na zircônia	>50% do cimento no G10	>50% do cimento em cada interface		N	%
(CJ)	-	-	8	-	-	-	4	33
(GL)	-	-	9	-	-	1	2	17
(PF)	-	-	-	8	3	1	0	0
(CJ+GL)	-	-	10	-	-	-	2	
(SP+GL)	-	-	1	2	3	-	6	50

* Foram classificadas como falhas mistas aquelas em que o cimento foi encontrado nos dois substratos avaliados (FCZ ou G10) porém o mesmo não falhou coesivamente

** Falhas catastróficas ou coesivas da zircônia não foram contabilizadas como FPT

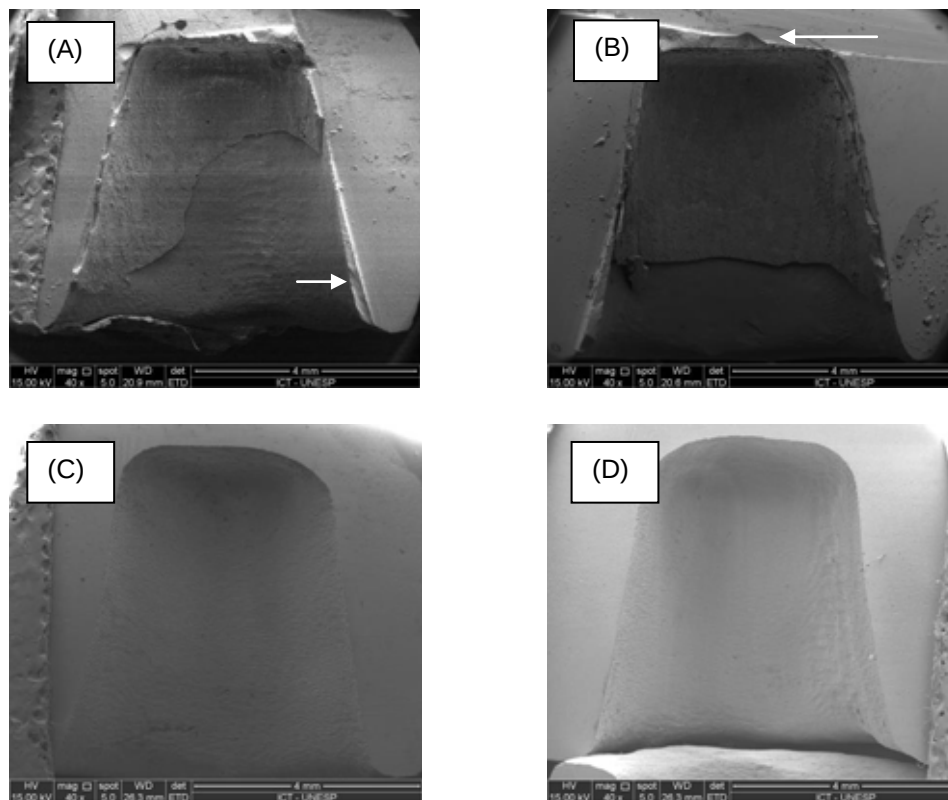


Figura 17 – Coroas dos grupos (GL) e (PF) após o teste de tração. A e B) grupo (GL): Presença de cimento resinoso na interface adesiva da coroa FCZ. A seta (→) indica a espessura do cimento resinoso presente na coroa; C e D) grupo (PF) Falha adesiva - ausência de cimento resinoso na interface adesiva da coroa FCZ.

6 DISCUSSÃO

6.1 Da caracterização da zircônia e *glaze* FCZ

No presente estudo, os grãos da zircônia FCZ apresentaram distribuição homogênea com limites bem definidos e sem a presença de poros. A estrutura cristalina foi analisada por difração de raio-X (DRX) e análise de Rietveld. Os resultados mostraram um perfil de estrutura de fase tetragonal. Estes resultados foram como esperado desde que a amostra FCZ recebeu o tratamento térmico após o polimento, revertendo o processo de transformação de fase ($t \rightarrow m$) resultante desse procedimento (Lazar et al., 2008).

Sob cargas mastigatórias, cerâmicas com uma alta porcentagem de porosidade apresentam um maior desgaste oclusal, e portanto, têm um maior potencial de fracasso clínico durante o tempo de vida da restauração (Tang et al., 2012). Uma cerâmica de zircônia adequada requer tamanho de grão pequeno, baixa porosidade e alta densidade. No presente estudo, a FCZ apresentou porosidade de 0,2% e densidade aparente de 6,06 g/cm³, aproximadamente 99,34% do valor teórico ($p = 6,10 \text{ g/cm}^3$). Esses valores são semelhantes aos encontrados anteriormente por Lazar et al., 2008 (97,5% do valor teórico) e Scherrer et al., 2011, (densidade aparente de 6,12 g/cm³ e 6,08 g/cm³ para LAVA *colored* e Everest ZS, respectivamente). Embora o tamanho de grão da FCZ tenha sido maior do que o esperado 0,3 μm (Guazzato et al., 2004a; Lazar et al., 2008) (tamanho de partícula real foi 0,75 μm), a porosidade e a densidade da cerâmica não foram afetados negativamente.

A análise de dureza é uma técnica simples, disponível para avaliar as propriedades mecânicas do material. Valores de dureza Vickers de $10,3 \pm 0,2$ GPa, $10,6 \pm 0,4$ GPa, $18,4 \pm 0,5$ GPa e $13,5 \pm 0,2$ GPa foram relatados por Lazar et al., 2008, para o In-Ceram Zirconia Block, In-Ceram Zirconia, Procera All Ceram e uma zircônia experimental 3Y-TZP processada pelo método de co-precipitação de pó de 3Y-TZP, respectivamente. Guazzato et al., 2002, relatou valores de dureza Vickers de $10 \pm 0,2$ GPa para In-Ceram Zirconia. No presente estudo, o valor calculado de dureza Vickers foi de $12,4 \pm 0,07$ GPa, estando bem dentro do intervalo dos valores relatados pelos autores supracitados. Após examinar a superfície indentada, a tenacidade à fratura foi medida utilizando o modelo de formação de trinca de Palmqvist proposto por Ponton, Rawlings, 1989a e 1989b. A tenacidade à fratura da FCZ avaliada foi de $5,54 \pm 0,24$ MPa m^{1/2}, similar aos valores da zircônia experimental ($6,0 \pm 0,2$ MPa m^{1/2}) apresentado por Lazar et al., 2008.

Como mencionado anteriormente, o *glaze* correspondente à cerâmica FCZ foi avaliado por microscopia eletrônica de varredura, *Dynamic Light Scattering*, e difração de raios X. A morfologia do pó (Figura 3A) apresentou formato e tamanho irregular, com tamanho de partícula médio de 148,51 nm (Figura 3B). A identificação da fase mineral do *glaze* (pó) foi realizada utilizando DRX e comparando a intensidades dos picos com o arquivo ICDD 01-085-1626 (Figura 4). Embora o material apresente uma característica de fase amorfa os picos existentes são correspondentes com à fase leucita da ficha.

Sendo assim, a nova zircônia FCZ avaliada neste trabalho apresentou alta densidade, microestrutura homogênea e propriedades mecânicas comparáveis à zircônia clinicamente disponível no mercado. O *glaze* correspondente apresentou picos correspondentes com à fase leucita, apresentando morfologia irregular em formato e tamanho. Para garantir a aplicabilidade clínica do *glaze* utilizando como um método de condicionamento (tratamento) de superfície, estudos de união entre FCZ

e cimentos resinosos, bem como entre cerâmica FCZ e seu *glaze* correspondentes também foram realizados na sequência.

6.2 Da caracterização da adesão

Diferentes estratégias de cimentação têm sido desenvolvidas para oferecer uma adequada adesão entre zircônia e cimento resinoso, evitando a necessidade do jateamento com Al_2O_3 ou o tratamento triboquímico (CoJet, 3M). No presente estudo, foram avaliadas diferentes estratégias de tratamento de superfície, utilizando a aplicação do *glaze* (combinado ou não com o jateamento de partículas) ou o tratamento triboquímico (como um tratamento controle).

A análise topográfica das amostras (MEV e MFA), realizada após os diferentes tratamentos de superfície (AL, CJ, SP, GL) revelou a presença de microtrincas e defeitos na superfície das amostras jateadas (AL e CJ) característicos do impacto de partículas. Maiores valores de rugosidade foram apresentados pelas amostras submetidas ao jateamento com Al_2O_3 ($R_a = 0,43$) seguido das amostras silicatizadas (CJ) ($R_a = 0,12 \mu\text{m}$). Um estudo semelhante utilizando MFA (Moradabadi et al., 2014) apresentou resultados de rugosidade comparáveis, onde o jateamento de partículas ($\text{Al}_2\text{O}_3 - 50 \mu\text{m}$) resultou em uma superfície mais rugosa, quando comparado aos espécimes vitrificados. Os autores também avaliaram a rugosidade da superfície vitrificada após o condicionamento com HF e mostrou que a superfície glazeada tornou-se mais áspera após o tratamento (Moradabadi et al., 2014). Além disso, diferentes estudos têm mostrado que o jateamento com Al_2O_3 pode resultar em uma superfície mais rugosa, quando comparado ao tratamento triboquímico (CoJet, 3M), semelhante aos dados apresentados pelo presente estudo (de Oyagüe et al., 2009; Subasi et al., 2014).

Imagens de MEV revelaram uma fina espessura de *glaze* ($\pm 1,86 \mu\text{m}$) independentemente do grupo, discordando de estudos recentes que apresentaram maiores espessuras ($\pm 6,9 \mu\text{m}$) ao utilizar a mesma técnica (Cura et al., 2012; Vanderlei et al., 2014), resultando na desadaptação marginal entre a coroa glazeada e o preparo (Vanderlei et al., 2014). Uma explicação para a diferença de espessura encontrada no presente estudo pode estar relacionada ao método de aplicação utilizado que seguiu sempre a mesma proporção de *glaze*, pó e líquido, e respeitou um período de espera de 2 h à 37 °C antes de prosseguir com o processo de queima. Isto pode ter permitido a remoção de qualquer excesso do solvente presente na composição do líquido do *glaze* e, conseqüentemente, contribuído para uma camada mais fina desse material.

A principal função da aplicação do *glaze* como cobertura é modificar a superfície da zircônia para que essa cerâmica interaja adequadamente com o cimento resinoso. Para isso, tornou-se necessária a avaliação da adesão entre esses substratos (zircônia e *glaze*), visto que tensões desenvolvidas durante a mastigação podem resultar em falhas na cimentação à longo prazo. No presente estudo, o *Scratch Test* mostrou que os grupos (AL + GL), (CJ + GL) e (GL + SP) apresentaram padrões de falhas muito semelhantes, rejeitando a hipótese formulada de que o padrão de falha obtido após o *scratch test* seria diferente para as amostras submetidas ao pré-tratamento de superfície para posterior aplicação do *glaze*. Falhas do tipo *conformal crack* foram observadas, as quais são caracterizadas por áreas com nítido lascamento do *glaze* do substrato FCZ. Classificado como uma falha coesiva, o *conformal crack* ocorre como resultado do *glaze* tentando se adaptar à forma da ponta aplicadora de carga, resultando em arcos abertos e compridos longe da direção do teste (ASTM C1624-05, 2010). Os dados obtidos sugerem uma boa união entre zircônia e *glaze* (ideal à longo prazo), entretanto mais estudos sobre a adesão entre zircônia e *glaze* devem ser realizados.

No que diz respeito aos resultados de adesão cimento-zircônia após 24 h, o tratamento de superfície (GL) (18,8 MPa) não apresentou diferença significativa quando comparado ao (CJ) (18,2 MPa), enquanto o jateamento da zircônia com óxido de alumínio ou silício, antes da aplicação do *glaze*, aumentou estatisticamente a adesão ao cimento resinoso (AL + GL: 27,8 MPa); (CJ + GL: 29,7 MPa) se comparado ao grupo controle CJ. Esses achados confirmam parcialmente a 2ª hipótese (aplicação do *glaze* aumentaria a adesão), visto que o grupo onde apenas o *glaze* foi aplicado (GL) não gerou valores mais altos para a condição 24 h. Contraditoriamente, os grupos envelhecidos foram semelhantes entre si estatisticamente.

Avaliando o impacto do envelhecimento na estabilidade da união, uma redução significativa nos valores SBS foi observada para os grupos (AL + GL) e (GL + CJ), quando comparado aos grupos (GL) e (CJ), sem diferenças significativas entre os grupos. Dessa maneira, a hipótese de que o armazenamento afetaria a resistência adesiva foi aceita para os grupos (AL + GL), (CJ + GL) e (SP + GL).

Diferentes resultados são encontrados na literatura quando a técnica de aplicação de *glaze* na superfície interna da coroa é empregada para aumentar a união entre a zircônia e cimento resinoso. Autores têm apresentado resultados promissores de adesão ao cimento resinoso quando a zircônia recebeu uma camada vítrea, cujo resultados são comparáveis ao jateamento com Al_2O_3 (Valentino et al., 2012) ou após a silicatização (Ntala et al., 2010; Everson et al., 2012, Vanderlei et al., 2014). Entretanto, a instabilidade adesiva com essa técnica após o envelhecimento também foi reportada (Vanderlei et al., 2014) e corrobora parcialmente com os achados do presente estudo onde a adesão foi instável para o grupo *glaze* quando combinado com o pré-tratamento da superfície FCZ [(AL + GL), (CJ + GL) e (SP + GL)].

O tratamento químico (SP) não potencializou a adesão entre cimento resinoso e zircônia. Menores valores de SBS foram

apresentados quando (SP + GL) 24 h foi comparado ao mesmo grupo testado após o envelhecimento. A imersão de materiais em solução piranha é capaz de remover contaminantes presentes na superfície de materiais como metais e cerâmicas. Essa solução também pode aumentar a hidrofiliabilidade do material imerso, sendo ocasionalmente utilizada como um método de condicionamento de superfície (Zandparsa et al., 2014, Lohbauer et al., 2008). Um autor (Lohbauer et al., 2008) apresentou aumento na resistência adesiva após o tratamento químico com SP combinado com a aplicação do agente de união silano. Entretanto, a união não foi tão satisfatória quanto a união oferecida pelas amostras tratadas com Cojet®. Da mesma maneira, outro autor (Zandparsa et al., 2014) também apresentou valores mais baixos de união após tratamento com SP quando comparado ao jateamento. No presente estudo, o tratamento de superfície com (SP) resultou em uma superfície limpa que pode ser combinada com a aplicação do *glaze*. Entretanto, diferentes análises e metodologias devem ser realizadas para ajudar a compreender o mecanismo de ação da solução piranha na superfície da zircônia.

A Tabela 11 apresenta a classificação e a porcentagem do tipo de falhas após 24 h e após o envelhecimento. Alta porcentagem de falhas mistas (100 – 85%), com remanescentes de cimento resinoso na superfície da FCZ, foram apresentadas por todos os grupos. Entretanto, os grupos (CJ + GL), (SP + GL) e (CJ) apresentaram amostras com falhas do tipo adesiva, principalmente após o envelhecimento. Falhas adesivas têm sido associadas à baixos valores de resistência de união e menor estabilidade entre cimento resinoso e zircônia (Palasuk et al., 2013; Bottino et al., 2014). Como os grupos (CJ + GL) e (SP + GL) foram afetados pelo envelhecimento e apresentaram falhas adesivas e o grupo (CJ) não foi afetado pelo envelhecimento, porém apresentou menores valores de resistência adesiva após 24 h (quando comparado aos grupos AL + GL e SP + GL) essa afirmação pode ser confirmada para esses grupos.

Como mencionado anteriormente, a força de união entre zircônia e *glaze* foi avaliada pelo *Scratch test* (análise qualitativa) e a união entre zircônia glazeada e cimento resinoso pelo teste de cisalhamento. O padrão de falha obtido pelo *scratch test* foi similar para todos os grupos avaliados mostrando que o pré-tratamento da zircônia pode ser um passo desnecessário para aumentar a união entre os diferentes substratos. Os dados de cisalhamento sugeriram que o tratamento químico de superfície antes da aplicação do *glaze* ainda necessita de mais estudos, para que possa ser empregado como uma alternativa ao tratamento tradicional utilizando jateamento de partículas.

6.3 Da retenção de coroas

Os procedimentos adesivos para união às cerâmicas são baseados em dois fatores: (1) químico – para promover a união entre os diferentes substratos envolvidos; e (2) micromecânico – para promover o embricamento mecânico ao cimento resinoso (Román-Rodrigues et al., 2013). Entretanto, o desafio em promover uma adequada união entre a 3Y-TZP e o cimento resinoso está também relacionado às características intrínsecas desse material, como a sua alta dureza e a sua topografia superficial lisa, que resultam em baixa molhabilidade e união micromecânica ao cimento resinoso (Moradabadi et al., 2014).

Como resultado, diferentes pré-tratamentos de superfície (químico, mecânico ou uma combinação de ambos) para a 3Y-TZP foram propostos pela literatura (Aboushelib et al., 2008, 2009, 2010; Amaral et al., 2014; Bottino et al., 2014; Cattel et al., 2009; Kitayama et al., 2009; Lohbauer et al., 2008; Ntala et al., 2010, Rippe et al., 2014) e também avaliados pelo presente estudo. Assim, a hipótese de investigação para o presente estudo, de que o pré-tratamento da superfície interna da coroa

FCZ (CJ ou SP) teria um efeito positivo na resistência de união à um material análogo à dentina, foi negada. No presente estudo, tanto a cimentação com um cimento resinoso contendo MDP (PF) quanto a aplicação de uma fina camada de *glaze* (GL) na superfície FCZ, apresentaram resultados estatisticamente semelhantes. O grupo (GL) não apresentou diferença quando comparado aos grupos (CJ) e (CJ + GL). Já o grupo (PF) apresentou a maior média de resistência adesiva (47,27 Kgf) com diferença estatisticamente significativa quando comparado aos grupos (CJ), (CJ + GL) e ao grupo (SP + GL) sendo esse, o grupo que apresentou a menor média (6,7 Kgf) de resistência à tração.

Os resultados do presente estudo sugeriram que o pré-tratamento da superfície FCZ com o tratamento triboquímico (CoJet[®], 3M) ou a limpeza com solução piranha, não potencializam a retenção das coroas ao substrato análogo à dentina (NEMA G10). Assim, durante os procedimentos adesivos, o uso de um cimento resinoso contendo MDP, pode resultar em valores de força retentiva significativamente maiores quando comparado aos tratamentos de superfície combinados com a aplicação do *glaze* (CJ + GL) e (SP + GL).

O emprego de cimentos resinosos contendo MDP em sua formulação, parece ser uma boa opção durante os procedimentos adesivos (Lüthy et al., 2006; Wolfart et al., 2007; Bottino et al., 2014). A adesão desse cimento pode ser creditada à capacidade do grupo éster fosfato de reagir com óxidos metálicos tais como zircônio e alumina (Gargari et al., 2010, Amaral et al., 2014) e ao fato da molécula MDP apresentar o grupo vinil que reage com os monômeros do cimento resinoso durante a polimerização (Amaral et al., 2014).

Já a solução piranha foi avaliada na tentativa de potencializar a adesão entre FCZ + GL / cimento resinoso e para evitar o potencial impacto negativo resultante do jateamento de partículas (Garcia Fonseca et al., 2013). No entanto, esse pré-tratamento não potencializou a retenção entre a coroa FCZ e o substrato de G10, resultando em uma

frágil união entre os substratos envolvidos e menores médias de resistência a retenção quando comparado aos grupos (PF) e (GL).

Lohbauer et al. (2008), mostrou que quando 3Y-TZP foi cimentada com o cimento resinoso Multilink[®] e previamente tratada com SP, melhores resultados de resistência adesiva foram encontrados. Entretanto, o mesmo tratamento químico não foi efetivo para o cimento resinoso Panavia F. Zandparsa et al. (2014) mostrou que o tratamento de superfície da 3Y-TZP com jateamento de partículas seguido da aplicação de um *primer* apresentou melhores resultados de resistência adesiva quando comparado ao grupo tratado com SP. Os resultados apresentados pelo presente estudo e suportado por estudos anteriores pode ser explicado pelo fato de que a solução piranha pode limpar a superfície da zircônia entretanto ela não é capaz de criar rugosidades na superfície, fazendo a adesão ao cimento resinoso mais previsível (Lohbauer et al., 2008).

Rippe et al. (2014) mostrou bons resultados de resistência à retenção entre infraestruturas de 3Y-TZP vitrificadas ou silicatizadas cimentadas à dentina independente da composição do cimento resinoso [(2-hidroxietil metacrilato - HEMA) (Multilink Automix) ou (Bisfenol A Glicerolato Dimetacrilato - BisGMA) (RelyX ARC, 3M)]. Esses resultados discordam do presente estudo onde o grupo (GL) apresentou maiores resultados (Kgf) quando comparado ao grupo (CJ). Entretanto, isso pode ser devido ao fato do substrato em que a coroa foi cimentada ser diferente. Já Amaral et al. (2014) mostrou que a cimentação de coroas de 3Y-TZP submetidas a silicatização ou a aplicação de uma fina camada de *glaze* pode aumentar a retenção entre coroa de zircônia e dentina cimentadas com cimento resinoso contendo MDP (Panavia F).

O envelhecimento aplicado nesse estudo (temociclagem + armazenamento) nos permitiu avaliar o efeito das diferentes estratégias de cimentação à longo prazo. A combinação (SP + GL), mostrou ser mais sensível a degradação quando comparada

as outras estratégias, principalmente devido ao elevado número de falhas pré-teste. Esses dados evidenciam a fragilidade dessa estratégia, que envolve todo o cuidado operacional durante a manipulação da solução e mostra a necessidade de aprimoramento da técnica.

A classificação do tipo de falha é importante para melhor interpretar o efeito dos diferentes tratamentos adesão entre cimento resinoso e zircônia ou ao G10 (tratado com HF+silano). O presente estudo observou que os grupos (CJ), (GL) e (CJ + GL) apresentaram falhas do tipo mista, com a maior parte do cimento resinoso aderido à superfície da FCZ. Esse tipo de falha pode representar uma maior união entre o cimento resinoso e a zircônia, em função do tratamento de superfície da coroa FCZ. Já o grupo PF apresentou maior união entre o G10 e o cimento resinoso. Isso pode ser explicado pelo fato do G10 ter sido tratado com o HF enquanto a zircônia não recebeu nenhum pré-tratamento.

Sabe-se que a união à 3Y-TZP é muito frágil. Como uma das propostas desse trabalho foi evitar o jateamento de partículas (Al_2O_3 ou SiO_2), podemos sugerir que o uso de um cimento resinoso contendo MDP ou a aplicação de uma camada fina de *glaze* representam boas estratégias para aumentar a união entre cimento resinoso e zircônia FCZ. Entretanto, serão necessários mais estudos para confirmar ou para criar um protocolo mais eficaz para garantir o emprego da solução piranha como um pré-tratamento da superfície interna de restaurações de zircônia.

7 CONCLUSÃO

- a) A nova zircônia FCZ apresentou alta densidade relativa, microestrutura homogênea e propriedades mecânicas comparáveis à zircônia clinicamente disponível;
- b) O *glaze* correspondente foi caracterizado como um material com picos correspondentes com à fase leucita, apresentando morfologia irregular em formato e tamanho;
- c) O padrão de falha obtido pelo *scratch test* foi similar para todos os grupos avaliados e classificado como uma falha coesiva do *glaze*;
- d) Os achados do teste de cisalhamento e tração sugerem que o tratamento químico da FCZ, com solução piranha, antes da aplicação do *glaze* necessita ser aprimorado para ser empregado como uma alternativa ao tratamento tradicional utilizando jateamento de partículas;
- e) O uso de um cimento resinoso contendo MDP ou a aplicação de uma camada fina de *glaze* associado a um cimento sem MDP promoveram os maiores valores de retenção das coroas.

8 REFERÊNCIAS*

Aboushelib M, Feilzer A. New surface treatment for zirconia based materials. European patent application No 050773969;2006.

Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. Dent Mater. 2008; 24(9):1268-72.

Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. Dent Mater. 2009;25(8):989-93.

Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bonding to zirconia using a new surface treatment. J Prosthodont. 2010;19(5):340-6.

Alghazzawi TF, Lemons J, Liu P, Essig ME, Bartolucci AA, Janowski GM. Influence of low-temperature environmental exposure on the mechanical properties and structural stability of dental zirconia. J Prosthodont. 2012 Jul;21(5):363-9.

Amaral R, Rippe M, Oliveira BG, Cesar PF, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns after long-term aging: effect of the core substrate and crown surface conditioning. Oper Dent. 2014;39(6):619-26.

ASTM C20-00. Standard test methods for apparent porosity, water absorption, apparent specific gravity, and bulk density of burned refractory brick and shapes by boiling water. 2010

ASTM C1624-05. Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing1 C1624 – 05 (Reapproved 2010). 2010; 1-28.

* 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 Jun;95(6):430-6.

Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dent Mater*. 2012 Apr;28(4):449-56.

Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SM, Souza RO, Valandro LF. Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. *Oper Dent*. 2014 May-Jun;39(3):291-300.

Bull SJ. Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. *Tribol Int*. 1997 Jul;30(7):491-8.

Cattel MJ, Chadwick TC, Knowles JC, Clarke RL. The development and testing of glaze materials for application to the fit surface of dental ceramic restorations. *Dent Mater*. 2009;25(4):431-41.

Corazza PH, Feitosa AS, Borges AL, Della Bona A. Influence of convergence angle of tooth preparation on the fracture resistance of Y-TZP-based all-ceramic restorations. *Dent Mater*. 2013 Mar;29(3):339-47.

Cura C, Ozcan M, Isik G, Saracoglu A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramics: Glaze layer vs Zirconia Primer. *J Adhes Dent*. 2012 Feb;14(1):75-82.

de Castro HL, Corazza PH, Paes-Júnior Tde A, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater*. 2012 Nov;28(11):1191-7.

de Oyagüe, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Den Mater*. 2009; 25:172-9.

Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont*. 2002;15(3):248-53.

Everson P, Addison O, Palin WM, Trevor Burke FJ. Improved bonding of zirconia substructures to resin luting a “glaze-on” technique. *J Dent*. 2012 Apr;40(4):347-51.

Ernst CP, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using diferente luting agents. *J Prosthet Dent*. 2005 Jun; 93(6):551-8.

Feitosa S, Patel D, Borges A, Alshehri E, Bottino M, Ozcan M, et al. Effect of cleansing methods on saliva-contaminated zirconia – An evaluation of resin bond durability. *Oper Dent*. 2014a Aug. Epub.

Feitosa SA, Corazza PH, Cesar PF, Bottino MA, Valandro LF. Pressable feldspathic inlays in premolars: effect of cementation strategy and mechanical cycling on the adhesive bond between dentin and restoration. *J Adhes Dent*. 2014b Apr;16(2):147-54.

Garcia Fonseca R, de Oliveira Abi-Rached F, dos Santos Nunes Reis JM, Rambaldi E, Baldissara P. Effect of particle size on the flexural strength and phase transformation of an airborne-particle abraded yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. *J Prosthet Dent*. 2013 Dec;110(6):510-4.

Gargari M, Gloria F, Napoli E, Pujia AM. Zirconia: cementation of prosthetic restoration. Literature review. *Oral Implantol*. 2010 Oct; 3(4):25-9.

Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature*. 1975; 258(5537):703-4.

Ghazal M, Kern M. The influence of antagonistic surface roughness on the wear of human enamel and nanofilled composite resin artificial teeth. *J Prosthet Dent*. 2009 May;101(5):342-9.

Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ironside J. Mechanical properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. *Int J Prosthodont*. 2002 Jul-Aug;15(4):339-46.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004a Jun; 20(5):449-56.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater*. 2004b Jun;20(5):441-8.

Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2005 Jan;33(1):9-18.

Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater.* 2008 Nov;24(11):1556-67.

Hmaidouch R, Muller WD, Lauer HC, Wejql P. Surface roughness of zirconia for full-contour crowns after clinically simulated grinding and polishing. *Int J Oral Sci* 2014;6(4):241-6.

Iost A, Bigot R. Indentation size effect: reality or artefact? *J. Mater. Sci.*1996;31(13)3573-7.

Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinical validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2010 Oct;104(4):228-38.

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.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *Appl Biomater.* 2000;(53):304-13.

Lazar DRR, Bottino MC, Ozcan M, Valandro LF, Amaral R, Ussui V, et al. Y-TZP ceramic processing from coprecipitated powders: A comparative study with three commercial dental ceramics. *Dent Mater.* 2008 Dec;24(12):1676-85.

Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Müller FA. Hydroxylation of dental zirconia surfaces: characterization and bonding potential. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008 Nov;87(2):461-7.

Luangruangrong P, Cook NB, Sabrah AH, Hara AT, Bottino MC. Influence of full-contour zirconia surface roughness on wear of glass-ceramics. *J Prosthodont.* 2014 Apr;23(3):198-205.

Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation – aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mat.* 2010 Aug; 26(8):807-20.

Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006; Feb;22(2):195-200.

Madfa AA, Al-Sanabani FA, Al-Qudami NH, Al-Sanabani JS, Amran AG. Use of zirconia in dentistry: An overview. *Open Biomater J*. 2014;5:1-9.

Maeda FA, Bello-Silva MS, de Paula Eduardo C, Miranda Junior WG, Cesar PF. Association of different primers and resin cements for adhesive bonding to zirconia ceramics. *J Adhes Dent*. 2014 Jun;16(3):261-5.

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

Moradabadi A, Roudsari SES, Yekta BE, Rahbar N. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. *Mater Sci and Eng* 2014; (34):311-7

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

Palasuk J, Platt JA, Cho SD, Levon JA, Brown DT, Hovijitra ST. Effect of surface treatments on microtensile bond strength of repaired aged silorane resin composite. *Oper Dent* 2013;38(1):91-9.

Peláez J, Cogolludo PG, Serrano B, Lozano JF, Suárez MJ. A prospective evaluation of zirconia posterior fixed dental prostheses: three-year clinical results. *J Prosthet Dent*. 2012;107(6):373-9.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomater*. 1999 Jan;20(1):1-25.

Ponton CB, Rawlings RD. Vickers indentation fracture toughness test. Part 1 Review of literature and formulation of standardized indentation toughness equations. *Materials Science and Technology*. 1989a Sept;(5):865-71.

Ponton CB, Rawlings RD. Vickers indentation fracture toughness test. Part 2 Application and critical evaluation of standardized indentation toughness equation. *Materials Science and Technology*. 1989b Oct;(5):961-76.

Preis V, Behr M, Hahnel S, Handel G, Rosentritt M. In vitro failure and fracture resistance of veneered and full-contour zirconia restorations. *J Dent*. 2012 Nov;40(11):921-8.

Rippe M, Amaral R, Amaral R, Oliveira F, Cesar P, Scotti R, et al. Evaluation of tensile retention of Y-TZP crowns cemented on resin composite cores: effect of the cement and Y-TZP surface conditioning. *Oper Dent*. 2014 Aug 27. [Epub ahead of print].

Roediger M, Gersdorff N, Huels A, Rinke S. Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: four-year clinical results. *Int J Prosthodont.* 2010 Mar-Apr;23(2):141-8.

Román-Rodríguez JL, Fons-Font A, Amigó-Borrás V, Granell-Ruiz M, Busquets-Mataix D, Panadero RA, Solá-Ruiz MF. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2013 Jan 1;18(1):e115-23.

Sabrah AH, Cook NB, Luangruangrong P, Hara AT, Bottino MC. Full-contour Y-TZP ceramic surface roughness effect on synthetic hydroxyapatite wear. *Dent Mater.* 2013 Jun;29(6):666-73.

Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler L, Luthy H, Hämmerle CHF. Five-Year Clinical Results of Zirconia Frameworks for Posterior Fixed Partial Dentures. *Int J Prosthodont.* 2007 Jul-Aug;20(4):383–8.

Salido MP, Martinez-Rus F, Del Rio F, Pradies G, Ozcan M, Suarez MJ. Prospective clinical study of zirconia-based posterior four-unit fixed dental prostheses: Four-year follow-up. *Int J Prosthodont.* 2012; 25(4):403-9.

Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, Mestral F, Griggs JA, Wiskott A. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30µm silica-coated alumina particles. *Dent Mater.* 2011 Feb; 27(2):e28-42.

Schmitt J, Goellner M, Lohbauer U, Wichmann M, Reich S. Zirconia posterior fixed partial dentures: 5-year clinical results of a prospective clinical trial. *Int J Prosthodont.* 2012 Nov-Dec;25(6):585-9.

Schmitt J, Holst S, Wichmann M, Reich S, Gollner M, Hamel J. Zirconia posterior fixed partial dentures: a prospective clinical 3-year follow up. *Int J Prosthodont.* 2009 Nov-Dec;22(6):597-603.

Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the Bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodontics.* 2003;16(3):277-82.

Subasi MG, Inan Ö. Influence of surface treatment and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci.* 2014; 29:19-27.

Tang X, Nakamura T, Usami H, Wakabayashi K, Yatani H. Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks. *J Dent.* 2012 May;40(5):372-380.

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 May-Jun;21(3):217-22.

Tomastik JC, Ctvrtlik R. Nanoscratch test - A tool for evaluation of cohesive and adhesive properties of thin films and coatings. *EPJ Web of Conferences* 2013 May;48:1-4.

Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Özcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J*. 2013 Jun;58(2):183-91.

Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005 Mar;93(3):253-9.

Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Platt JÁ, Correr-Sobrinho L. Influence of glazed zirconia on dual-cure luting agent bond strength. *Oper Dent*. 2012 Mar-Apr;37(2):181-7.

Vanderlei A, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent*. 2014 Jan-Feb;39(1):50-63.

Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater*. 2007 Jan;23(1):45-50.

Zandparsa R, Talua NA, Finkelman MD, Schaus SE. An in vitro comparison of shear bond strength of zirconia to enamel using different surface treatments. *J Prosthodont*. 2014 Feb;23(2):117-23.

Yoshimura HN, Molisani AL, Narita NE, Gonçalves MP; de campos MF. Low cost partially-stabilized zirconia ceramic produced by powder mixing with additives of MgO-Y₂O₃-CaO system. *Cerâmica* 2007;326(53):116-32.

APÊNDICE A - Materiais utilizados, composição e principais indicações segundo os fabricantes

Multilink Implant (Ivoclar Vivadent)	A matriz de monômero é composta por dimetacrilato e HEMA. As partículas inorgânicas são vidro de bário, trifluoreto de itérbio e óxidos mistos esferoidais. O tamanho de partícula está situado entre 0,25-3,0 µm. O tamanho médio de partícula é de 0,9 µm. O volume total de partículas inorgânicas é de aproximadamente 40%.	Multilink Implant é usado para cimentação definitiva de restaurações indiretas sobre pilares de implante, coroas e pontes feitas de metal e metal-cerâmica e cerâmica pura.
Multilink Automix (Ivoclar Vivadent)	A matriz de monômero é constituída por dimetacrilato e HEMA. As partículas inorgânicas são vidro de bário, trifluoreto de itérbio e óxidos esferoidais mistos. O tamanho das partículas varia entre 0,25 e 3,0 µm. O tamanho médio das partículas é de 0,9 µm. O volume total de partículas inorgânicas é, aproximadamente, 40%.	Multilink Automix é indicado para inlays, onlays, coroas, pontes, metal e metal-cerâmica, cerâmica pura, em particular de cerâmica de óxido de zircônio
Panavia F (Kuraray)	O Primer A contém uma solução aquosa de iniciadores e o Primer B contém HEMA, ácido fosfórico e monômeros de ácido acrílico. Pasta A: MDP, dimetacrilatos hidrófobos e hidrófilos, sílica silanizada, sílica coloidal, canforquinona dl, catalisadores e iniciadores Pasta B: dimetacrilatos hidrófobos e hidrófilos, vidro de bário silanizado, fluoreto de sódio, sílica coloidal, catalisadores, aceleradores e pigmentos	Panavia F é indicado para a cimentação de coroas e pontes, <i>inlays</i> e <i>onlays</i> de cerâmicas, cerâmicas híbridas, resina composta e metais
Monobond Plus (Ivoclar Vivadent)	Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato do ácido fosfórico e metacrilato de sulfeto	Monobond Plus atua como agente de ligação e deve ser usado para criar uma ligação química durável entre compósitos de cimentação e as restaurações de cerâmica vítreas e de óxidos de metal, de compósitos e de compósitos reforçados com fibras.
IPS® Ceramic etching gel (Ivoclar Vivadent)	< 5% de ácido fluorídrico (HF)	Ataque ácido em superfícies de ligação de restaurações de cerâmica vítrea para aumentar as micro retenções, como um prepare para a cimentação