



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



Stephania Caroline Rodolfo Silva

**Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de
união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos**

**Araraquara
2020**



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



Stephania Caroline Rodolfo Silva

**Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de
união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos**

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, Área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para título de Doutor em Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

Araraquara
2020

Silva, Stephania Caroline Rodolfo

Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de união entre uma zircônia Y-TZP e cimentos resinosos / Stephania Caroline Rodolfo Silva.-- Araraquara: [s.n.], 2020.

76 f.; 30 cm.

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

Orientador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

1. Cimentos de resina 2. Cimentos dentários
3. Cerâmica 4. Resistência ao cisalhamento I. Título

Stephania Caroline Rodolfo Silva

**Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de
união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos**

Comissão julgadora

Defesa da tese para obtenção do grau de doutor em Reabilitação Oral

Presidente e orientador Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis – Professor Assistente Doutor do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp.

2º Examinador Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho – Professor Associado do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp.

3º Examinador Prof. Dr. Edson Alves de Campos – Professor Associado do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp.

4º Examinador Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira – Professor Associado do Departamento de Prótese da Faculdade de Odontologia de Bauru – USP.

5º Examinador Prof. Dr. Rogério Margonar - Professor de Odontologia e do Programa de Ciências Odontológicas da Universidade de Odontologia de Araraquara - UNIARA.

Araraquara, 30 de abril de 2020.

DADOS CURRICULARES

Stephania Caroline Rodolfo Silva

NASCIMENTO: 11/10/1991 - Jundiaí – SP

FILIAÇÃO: Ronaldo dos Anjos Silva

Renata Cristina Rodolfo

2009- 2013: Curso de Graduação - Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp;

2010-2010: Estágio de Iniciação Científica no Departamento de Morfologia;

2012-2013: Estágio de Iniciação Científica no Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese (PIBIC/REITORIA);

2014-2016: Mestrado em Reabilitação Oral - Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp (CAPES);

2015-2016: Curso de Atualização em Prótese Fixa: estética com ênfase em restaurações adesivas indiretas, na Associação Paulista dos Cirurgiões Dentistas – Regional Araraquara;

2016-2020: Doutorado em Reabilitação Oral - Faculdade de Odontologia de Araraquara - Unesp (CAPES);

2019: Bolsista do Programa de aperfeiçoamento e apoio à docência no ensino superior – PAADES, na disciplina de Prótese Fixa Convencional e sobre Implante II.

Aos meus pais, **Renata Cristina Rodolfo e Ronaldo dos Anjos Silva**, dedico este trabalho e todas as minhas conquistas, pela oportunidade, suporte, incentivo e, principalmente, confiança que sempre dedicaram à mim independente do momento. Sem a força, dedicação e amor de vocês, nada seria possível.

Aos meus padrinhos, **Rosana Rodrigues Todaro e Nelson Todaro**, por serem como pais, por estarem sempre ao meu lado, me incentivando, me apoiando e torcendo por mim, independente do momento e da situação.

Tudo o que eu conquistei e conquistarei, assim como meu amor incondicional, é por e para todos vocês.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, **Renata Cristina Rodolfo e Ronaldo dos Anjos Silva**, por proporcionarem todo o suporte e apoiarem a formação da minha carreira. Pela confiança, incentivo e apoio dedicados à mim e, principalmente, por todo o amor compartilhado. Vocês são a minha base e meu porto seguro, amo vocês.

Aos meus padrinhos, **Rosana Rodrigues Todaro e Nelson Todaro**, por estarem sempre ao meu lado, mesmo que à distância, me apoiando, incentivando e compartilhando muito amor. Agradeço por ter vocês em minha vida e serem como pais para mim. Amo vocês.

Ao meu padrasto **Marcelo Carvalho dos Reis**, por sempre estar disposto à me ajudar, pelo incentivo, preocupação, carinho e torcida em todos os momentos da minha vida.

A toda minha família, avó, primos (as) e tios (as), por compartilharem de momentos especiais, por estarem presentes mesmo que à distância e por todo amor compartilhado. Em especial, ao meu primo **Renan Roldan**, por toda parceria, amizade, companheirismo e carinho em todos os momentos.

Ao meu namorado, **Raphael Platini**, por entrar em minha vida e compartilhar momentos especiais, pelo incentivo, apoio, companheirismo e amor dedicados à mim.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis**, pela oportunidade de todo aprendizado conquistado até aqui, da realização deste trabalho e formação da minha carreira, acreditando na minha capacidade para participar do seu grupo de orientados desde a iniciação científica. Agradeço pelos oito anos de convivência, oito anos de conhecimento compartilhado e pela disposição em transmitir tudo o que sabe à nós e proporcionar momentos para aprendermos além do oferecido na pós-graduação. Um exemplo de profissional, professor e pessoa para todos, por toda sua dedicação ao ensino. Agradeço, ainda, por todo o esforço dedicado à mim durante todos esses anos, ajudando sempre que precisei e por todos os momentos compartilhados, dentro e fora da faculdade. Não há palavras para agradecer a oportunidade de tê-lo como orientador. Serei eternamente grata.

Ao **Prof. Dr. Filipe de Oliveira Abi-Rached**, por todo conhecimento transmitido, confiança, apoio, disposição e pelas oportunidades oferecidas à mim. Um grande profissional o qual tive a oportunidade de conviver durante todos esses anos e um amigo que levo pra vida. Agradeço por todos os momentos compartilhados.

Ao **Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho**, pelo excelente profissional e, principalmente, pessoa o qual tive o prazer de conviver. Agradeço por ter feito parte da minha formação profissional, participando de todos os momentos e por todo conhecimento profissional e de vida compartilhado à mim. Agradeço imensamente.

Ao meu coorientado de iniciação científica, **Maurício Gandini Giani Martelli**, pela oportunidade e confiança depositada à mim em ajudá-lo a realizar seus projetos acadêmicos. Agradeço por toda a ajuda, paciência, disposição, atenção, todos os cafés e companheirismo durante a execução deste projeto e pelo convívio. Você, sem dúvida, foi importante para a realização e conclusão deste trabalho. Serei eternamente grata. Que você alcance todos os seus objetivos e no que precisar, estarei à disposição.

Aos meus amigos e companheiros de grupo, **Aion Mangino, Bruno Arruda, Carlos Rangel, Gabriela Polli, Gabriel Hatanaka e Suellen Pedrosa**, pela convivência diária, apoio, carinho, amizade e disposição oferecidos à mim durante todos esses anos. Agradeço pelos momentos compartilhados fora e dentro da faculdade, vocês fazem parte de toda essa conquista. Serei eternamente grata pela amizade de todos vocês.

Aos meus amigos de faculdade e, principalmente, da vida, **Amanda Lima, Bruna Vallerini, Camila Jabr, Camila Tasso, Carmélia Lobo, Diego Dantas, Elkin Florez, Guilherme Braido, Guilherme Rocha, Jacqueline Zocolotti, Jessica Katherine, Karine Neri, Lucas Candido, Lucas Portela, Marcela Dantas, Maria Isabel, Mônica Tinajero, Thaís Soares, Vivian Policastro** e todos os que não citei também, pela amizade e convívio de todos esses anos, pela ajuda direta ou indireta na realização deste projeto. Agradeço singela e imensamente pelas oportunidades e momentos compartilhados. Vocês foram e são importantes na minha vida.

Ao pós doutorando **Leandro Fernandes**, por toda o conhecimento, ajuda e tempo dedicado para a execução e conclusão deste projeto. Sua ajuda e disposição foram indispensáveis.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”** representada pela diretor Prof. Dr. Edson Alves de Campos, e de sua vice-diretora, Prof^a. Dr^a. Patrícia Petromilli Nordi Sasso Garcia.

Ao **Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral**, Área de Prótese, na pessoa de sua coordenadora, Prof^a. Dr^a. Ana Claudia Pavarina e de sua vice-coordenadora, Prof^a. Dr^a. Daniela Aparecida de Godoi Gonçalves.

Aos funcionários e docentes do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**, na pessoa de seu chefe Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis e de sua vice-chefe, Prof^a. Dr^a. Janaína Habib Jorge.

À **Disciplina de Prótese Fixa Convencional e Sobre Implantes I e II** da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

Aos Professores Drs. **José Cláudio Martins Segalla, Ligia Pereira Antunes Pinelli, Ilana Ramalho e José Maurício dos Santos Nunes Reis** pelo aprendizado e convívio durante a realização do meu estágio de docência na Disciplina de Prótese Fixa Convencional e Sobre Implantes I e II.

À CAPES: o presente estudo foi realizado com o apoio da **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES)** – Código de financiamento 001.

Ao **Programa de Apoio à Pós-graduação – Unesp (PROAP)** pela concessão de materiais para o desenvolvimento experimental deste trabalho.

Ao **Laboratório Integrado de Pesquisa de Biocompatibilidade de Materiais da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP**, pela disponibilização de sua infraestrutura e equipamento para a execução de uma etapa fundamental desse projeto, realizada pelo técnico Edson Volta, o qual agradeço imensamente pela ajuda e atenção durante a realização do trabalho, e a Prof^a. Dr^a. Andrea Candido dos Reis, pela autorização da utilização do equipamento e, principalmente, pela atenção e gentileza.

Ao **Laboratório de Microscopia Avançada do Instituto de Química, Câmpus de Araraquara - Unesp**, pela disponibilização e execução das análises em microscópio eletrônico de varredura e espectroscopia de energia dispersiva, necessárias para obtenção dos resultados desse trabalho, realizadas pelo técnico Dr. Diego Luiz Tita, o qual agradeço pela atenção.

Ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), pela disponibilização e execução das análises em microscópio confocal de varredura a laser e difratômetro de raios-x, necessárias para obtenção dos resultados desse trabalho.

À todos que ajudaram, direta ou indiretamente, na realização deste trabalho.

Silva SCR. Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

RESUMO

Este estudo objetivou analisar a resistência de união entre uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (*Y-TZP*) e dois cimentos resinosos, um convencional e outro autoadesivo, após tratamentos de superfície e termociclagem, assim como analisar a caracterização de superfície dos espécimes após os tratamentos de superfície propostos. Discos (N=356) de *Y-TZP* (VIPI) foram cortados, polidos e sinterizados com dimensões finais de 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura. A superfície da *Y-TZP* foi tratada com: 1- Controle - sem tratamento de superfície (AS); 2- Jateamento com óxido de alumínio 50 µm (J); 3- Aplicação do adesivo Single Bond Universal - 3M ESPE (SBU); e 4- Jateamento com óxido de alumínio 50 µm + Single Bond Universal (JSBU). Discos de resina composta (Filtek Z350 XT A3E- 3M ESPE) com 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura (N=320) foram cimentados sobre a superfície da *Y-TZP* com cimento resinoso convencional (RelyX Ultimate- 3M ESPE) ou autoadesivo (RelyX U200- 3M ESPE). Metade dos espécimes (N=160) foi submetida aos ensaios mecânicos de resistência de união ao cisalhamento por aplicação de força de tração (EMIC DL2000; célula de carga de 2,0 kN; 1,0 mm/min) após 24h de armazenagem em água destilada a 37 °C. A outra metade (N=160) foi submetida aos ensaios mecânicos após termociclagem (10,000 ciclos térmicos entre 5-55 °C, com imersões de 30s). A interface de união de cada espécime foi analisada em estereomicroscópio (30x) e as falhas classificadas em adesivas, coesivas da resina e/ou do cimento, ou mistas. Discos de *Y-TZP* (N=36), obtidos nas mesmas condições em relação aos tratamentos propostos, foram submetidos à análise de caracterização de superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva-EDS (n=2), microscopia confocal para avaliar topografia e rugosidade de superfície (n=5), e difração de Raios-X (DRX; n=2). Os dados de resistência de união (MPa) e rugosidade de superfície (Sa) foram submetidos aos testes de normalidade e homocedasticidade, para em seguida serem analisados por métodos estatísticos não paramétricos (Kruskal-Wallis + teste de Dunn) e paramétricos (1-way ANOVA + teste C de Dunnett), respectivamente, com nível de significância de 5,0%. A termociclagem e os diferentes cimentos utilizados não apresentaram efeito significativo sobre os valores de resistência de união ($p>0,05$). Apenas o grupo JSBU produziu aumento na resistência de união ($p<0,05$). Não foi encontrada diferença significativa entre os demais grupos experimentais (AS, J e SBU; $p>0,05$). Os tratamentos dos grupos AS e J não produziram diferença na rugosidade de superfície da *Y-TZP* ($p=0,980$). Contrariamente, os tratamentos dos grupos SBU e JSBU produziram maiores valores de rugosidade ($p<0,001$). O tipo de falha foi predominantemente adesiva para todas as condições experimentais. A combinação

de métodos de tratamentos de superfície, mecânico e químico, promoveu maior rugosidade de superfície na zircônia e favoreceu a resistência de união entre a *Y-TZP* e os cimentos resinosos convencional e autoadesivo avaliados. O tipo de cimento e o envelhecimento não foram capazes de interferir nos resultados de resistência de união.

Palavras-chave: Cimentos de resina. Cimentos dentários. Cerâmica. Resistência ao cisalhamento.

Silva SCR. Effect of surface treatments and thermocycling on the shear bond strength between a Y-TZP ceramic and resin cements [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

ABSTRACT

This study aimed to analyze the bond strength between a yttria-stabilized polycrystalline tetragonal zirconia (Y-TZP) and two resin cements, one conventional and the other self-adhesive, after different surface treatments and thermocycling, as well as analyzing the surface characterization of the specimens after the proposed surface treatments. Discs (N=356) of Y-TZP (VIPI) were cut, polished and sintered with final dimensions of 5.0 mm in diameter and 2.0 mm in height. The surface of the Y-TZP was treated with: 1- Control - no surface treatment (AS); 2- Sandblasting with 50 μ m aluminum oxide (J); 3- Application of the *Single Bond Universal* adhesive - 3M ESPE (SBU); and 4- Sandblasting with 50 μ m aluminum oxide + *Single Bond Universal* (JSBU). Composite resin discs (Filtek Z350 XT A3E-3M ESPE) with 5.0 mm diameter and 2.0 mm high (N=320) were cemented on the Y-TZP surface with conventional resin cement (RelyX Ultimate-3M ESPE) or self-adhesive (RelyX U200-3M ESPE). Half specimens (N=160) were submitted to mechanical tests of shear bond strength by applying tensile strength (EMIC DL2000, 2.0 kN, 1.0 mm/min) after 24h of storage in distilled water at 37 °C. The other half (N=160) was subjected to mechanical tests after thermocycling (10.000 thermal cycles between 5-55 °C, with immersions of 30 s). The bonding interface of each specimen was analyzed in stereomicroscope (30x) and the failures were classified as adhesive, resin and/or cement cohesive, or mixed. Y-TZP discs (N=36) obtained under the same conditions in relation to the proposed treatments were subjected to surface characterization analysis by scanning electron microscopy (SEM) and dispersive energy spectroscopy - EDS (n=2), confocal microscopy to assess topography and surface roughness (n=5), and X-ray diffraction (XRD; n=2). The shear bond strength (MPa) and surface roughness (Sa) data were submitted to normality and homoscedasticity tests, after which they were analyzed by non-parametric (Kruskal-Wallis + Dunn test) and parametric (1-way) methods (ANOVA + Dunnett's C test), respectively, with a significance level of 5.0%. Thermocycling and the different resin cements used did not have a significant effect on the bond strength values ($p>0.05$). Only the JSBU group produced an increase in bond strength ($p<0.05$). No significant difference was found between the other experimental groups (AS, J and SBU; $p>0.05$). The treatments of groups AS and J did not produce difference in surface roughness of Y-TZP ($p=0.980$). In contrast, the treatments of the SBU and JSBU groups produced higher values of roughness ($p<0.001$). The type of failure was predominantly adhesive for all experimental conditions. The combination of surface treatment methods, mechanical and chemical, promoted greater surface roughness in zirconia and favored the bond strength between Y-TZP and the conventional and self-

adhesive resin cements evaluated. The type of cement and aging were not able to interfere in the results of shear bond strength.

Keywords: Resin cements. Dental cements. Ceramic. Shear strength.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 PROPOSIÇÃO	19
3 REVISÃO DA LITERATURA	20
4 MATERIAL E MÉTODO	36
4.1 Obtenção dos Discos de Zircônia	36
4.2 Obtenção dos Discos de Resina Composta	37
4.3 Cimentação dos Discos	38
4.4 Ensaios Mecânicos	43
4.5 Caracterização de Superfície	46
4.5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS)	46
4.5.2 Microscopia confocal	46
4.5.3 Difração de raios-X (DRX)	47
4.6 Análise Estatística	47
5 RESULTADOS	49
5.1 Resistência de União	49
5.1.1 Classificação das falhas	50
5.2 Caracterização de superfície	53
6 DISCUSSÃO	64
7 CONCLUSÕES	70
REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

Os procedimentos e materiais odontológicos capazes de restaurar a função e estética do paciente são cada vez mais demandados. Tratamentos reabilitadores com materiais cerâmicos à base de zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (*Y-TZP*) têm apresentado destaque devido a esse material possuir propriedades mecânicas superiores a outros materiais totalmente cerâmicos, como as cerâmicas vítreas^{1,2}, e ótima biocompatibilidade³⁻⁷, sendo favoráveis para aplicação dentária⁸, em coroas unitárias e próteses fixas múltiplas, anteriores ou posteriores^{1,3,5}. No entanto, por ser uma cerâmica ácido resistente, não contendo matriz vítrea, o condicionamento com ácido fluorídrico não é suficiente para aumentar a rugosidade superficial e promover resistência de união satisfatória aos agentes de cimentação. Além disso, se apresenta como um material relativamente inerte, com baixa energia de superfície e molhamento, o que dificulta sua ligação com materiais utilizados para cimentação das restaurações protéticas^{9,10}. Esse aspecto assume fundamental relevância levando em consideração que sua longevidade em função na cavidade bucal também depende do estabelecimento de uma adequada adesão zircônia/compósitos de cimentação².

Para o sucesso de restaurações cerâmicas submetidas às funções orais, há necessidade de um cimento capaz de conferir adesão entre o substrato restaurador e as estruturas dentárias de suporte, promovendo retenção e longevidade ao tratamento¹¹⁻¹³. Entretanto, estabelecer adesão entre a *Y-TZP* e os cimentos resinosos de forma satisfatória é um desafio científico e clínico constante¹⁴, uma vez que a adesão química tradicional, por meio de silanização, não é eficaz na superfície da *Y-TZP* e métodos de tratamento de superfície são necessários⁸; isso porque sua condição pouco reativa empobrece a adesão a outros substratos, sejam eles sintéticos ou naturais¹⁵⁻¹⁷, e a rugosidade superficial, apenas, não fornece resistência adesiva suficiente². O conjunto *Y-TZP*/cimento resinoso/estrutura dentária constitui duas interfaces de ligação e métodos têm sido desenvolvidos para fortalecer a união entre elas².

A união na interface cerâmica vítrea/resina baseia-se na ligação micro-mecânica e química obtidas por meio de condicionamento primário². O condicionamento de superfície com ácido fluorídrico, seguido da silanização, tem sido utilizado com sucesso e previsibilidade em cerâmicas vítreas, com desempenho

confiável e consolidado científica e clinicamente. No entanto, esses procedimentos não são aplicáveis de maneira favorável às *Y-TZP*, devido à sua ausência de fase vítrea¹⁸ ou, mais especificamente, dióxido de silício, o que a caracteriza como uma cerâmica cristalina ácido resistente^{15,19-22}. Estudos^{23,24} sobre resistência de união zircônia/cimento resinoso/dentina têm demonstrado que falhas de adesão ocorrem primariamente e, frequentemente, na interface zircônia/resina.

Trabalhos têm sido frequentemente realizados na tentativa de modificar as propriedades da *Y-TZP*, tanto mecânica quanto quimicamente, por meio de vários tratamentos de superfícies. Entre os tratamentos, o jateamento com partículas de óxido de alumínio²⁴⁻²⁶ e a silicatização²⁷⁻³⁰, intencionando criar retenções micromecânicas na superfície de união²⁴⁻²⁶ e a obtenção de adesão mecânico-química, respectivamente, merecem destaque. Outros estudos^{31,32} têm sido conduzidos com a utilização da técnica de condicionamento por infiltração seletiva (*SIE*)³³, uso de *primers* e adesivos contendo monômeros funcionalizados como o 10-metacrilóiloxidecil di-hidrôgenio fosfato (*10-MDP*), com intuito de melhorar a adesão das cerâmicas à base de zircônia^{27,28,34-36}. O jateamento com partículas de óxido de alumínio é o método mais utilizado como tratamento de superfície, que promove uma rugosidade superficial e intertravamento mecânico entre a zircônia e agentes de união. Além de limpar a superfície, removendo impurezas como contaminantes orgânicos, modifica a energia superficial da zircônia, favorecendo seu molhamento de superfície pelo agente de união, o que influencia diretamente a resistência de união da zircônia aos cimentos resinosos³⁷⁻³⁹. A retenção micromecânica tem importância para a adesão do cimento resinoso, sendo a penetração do mesmo e a polimerização, responsáveis pela ligação entre eles^{9,26}. Contudo, apesar de produzir melhoria na adesão da restauração, esse tipo de tratamento pode comprometer a resistência mecânica, criando defeitos de superfície⁴⁰, como microtrincas, que enfraquecem o material, em especial quando elevadas pressões e tamanho de partículas são utilizadas^{40,41}.

Ações mecânicas e térmicas, como o jateamento, podem levar a zircônia a sofrer uma transformação progressiva de fase⁴². A zircônia é um material polimórfico que pode se apresentar em até 3 formas – monoclinica (m), tetragonal (t) e cúbica (c), de acordo com a temperatura e pressão a qual é submetida⁴³. Para utilização clínica, a zircônia utilizada se apresenta com maior quantidade de fase tetragonal, e

para manter a fase tetragonal estável, há uma adição de trióxido de ítrio para estabilizá-la em temperaturas mais baixas^{9,43}, mas ainda é uma fase metaestável em ambiente úmido, como a cavidade bucal, o que torna sua longevidade questionável⁴³. Fatores como a temperatura na cavidade bucal, esforços mastigatórios ou jateamento com partículas de óxido de alumínio, revestidas ou não por sílica, podem induzir a transformação de fase tetragonal para monoclinica nas Y-TZPs. Essa transformação é acompanhada por aumento volumétrico nos grãos de 3,0 a 4,0%, induzindo tensões compressivas ao redor das microtrincas, que geralmente impedem sua propagação e contribuem para aumento na tenacidade do material, melhorando suas propriedades mecânicas^{9,37,39,42,43}.

Cimentos resinosos modificados, denominados de adesivos, oriundos da adição de monômeros funcionalizados como o *10-MDP*, 4-metacriloetil anidrido trimelítico (*4-META*) e metacrilatos derivados do ácido fosfórico (*MEPS*), também têm sido avaliados em relação à adesão com os óxidos metálicos presentes nas cerâmicas à base de zircônia⁴⁴⁻⁴⁸. Apesar de resultados como os de De Oyague et al.⁴⁹ mostrarem que cimentos resinosos adesivos podem dispensar a utilização de métodos mecânicos adicionais, como o jateamento convencional ou com partículas revestidas por sílica, têm sido verificado que a adesão somente por meios químicos pode ser aquém do necessário^{25,27,50}. Assim, a combinação de métodos mecânicos e químicos parece inevitável para a melhoria na resistência de união entre os cimentos resinosos e a zircônia²⁷.

Devido à diferença nos tratamentos para a obtenção de adesão entre os cimentos resinosos e os substratos dentários e entre os cimentos resinosos e a zircônia, sistemas simplificados, baseados, principalmente na adesão química, têm sido desenvolvidos com intuito de dinamizar e tornar menos confusos os procedimentos de cimentação². Esses sistemas são baseados em sistemas adesivos de frasco único, também denominados de adesivos universais, ou em cimentos resinosos autoadesivos, que dispensam a utilização de *primers* adicionais por apresentarem monômeros funcionalizados com afinidade a óxidos metálicos em sua composição⁴⁴. Apesar de autores²⁵ observarem que esse tipo de adesivo pode melhorar a resistência de união resina-zircônia, pouco se conhece a respeito do seu comportamento em associação aos métodos convencionais de jateamento, bem como sua longevidade perante à degradação hidrolítica em comparação aos *primers*

específicos para zircônia e aos cimentos resinosos autoadesivos. Segundo Xie et al.², a adesão entre os cimentos resinosos e a *Y-TZP* parece ser mais susceptível à degradação hidrolítica quando *primers* para zircônia ou sistemas adesivos de frasco único são utilizados em comparação à métodos mecânico-químicos de silicatização e silanização.

A continuidade de pesquisas na tentativa de melhorar a adesão das *Y-TZP* aos recém-lançados agentes de união/cimentação é de extrema importância para a obtenção de desempenhos de alta performance, tendo em vista o relevante papel da etapa de cimentação no sucesso clínico longitudinal das restaurações indiretas^{26,34,51}. Vale ressaltar, ainda, que a longevidade da união entre esses materiais em meios propícios à degradação hidrolítica, como ocorre na cavidade bucal, é de suma importância na evolução e compreensão da eficácia dos agentes de união/cimentação utilizados^{52,53}. A armazenagem em água e a termociclagem são métodos de envelhecimento comumente utilizados para simular condições orais e que podem afetar a ligação de união do material resinoso à cerâmica⁵⁴. Apesar de estudos utilizarem métodos térmicos de ciclagem para o envelhecimento de amostras, o número de ciclos é frequentemente pequeno, sendo o tempo de contato da interface adesiva com o meio úmido baixo para que se possa verificar o efeito da degradação hidrolítica nesses materiais adesivos. A durabilidade da interface de união entre os materiais pode ser prejudicada por fatores biológicos e biomecânicos como degradação hidrolítica do adesivo, degradação enzimática, estresse térmico e fadiga dos materiais adesivos⁵⁵. Para simular as condições orais como força mastigatória e umidade, testes laboratoriais *in vitro* são realizados^{8,55}, como ensaios mecânicos estáticos e dinâmicos; entre eles o ensaio mecânico de resistência de união ao cisalhamento, que é um teste comumente utilizado para avaliar a força de união da zircônia à resina⁵⁶.

Considerando os aspectos abordados anteriormente, o presente estudo tem como hipótese nula que diferentes tratamentos de superfície e a termociclagem não influenciam a resistência de união ao cisalhamento entre uma zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (*Y-TZP*) e cimentos resinosos convencional ou autoadesivo. Com base nos resultados a serem obtidos, se espera contribuir para o aprimoramento no nível de conhecimento das áreas afins e a aplicação clínica em relação ao papel que os tratamentos de superfície e agentes de

cimentação contemporâneos exercem quanto à resistência de união de uma cerâmica *Y-TZP*.

2 PROPOSIÇÃO

Este estudo objetivou analisar o efeito de diferentes tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de união ao cisalhamento entre uma zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (*Y-TZP*) e cimentos resinosos convencional (*RelyX Ultimate*) ou autoadesivo (*RelyX U200*). Além disso, realizar a caracterização de superfície, após os diferentes tratamentos de superfície propostos, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), microscopia confocal (topografia e rugosidade superficial) e difração de Raios-x (DRX).

3 REVISÃO DA LITERATURA

Manicone et al.⁶, em 2007, realizaram uma revisão sobre as propriedades básicas da zircônia e suas aplicações clínicas. Na pesquisa, afirmaram que: a zircônia é um material de cerâmica com adequada propriedade mecânica para fabricar dispositivos médicos. A zircônia estabilizada com óxido de ítrio tem as melhores propriedades para essas aplicações. Quando um estresse ocorre na superfície de um dióxido de zircônia, uma modificação cristalina se opõe à propagação das fraturas. A resistência de compressão do dióxido de zircônia é de aproximadamente 2000 MPa. Pesquisas ortopédicas levaram esse material a ser proposto para a fabricação de próteses de cabeça de quadril. Antes disso, a biocompatibilidade da zircônia foi estudada *in vivo*; nenhuma resposta adversa foi reportada após a inserção de amostras de dióxido de zircônia em osso ou músculo. Experimentos *in vitro* demonstraram ausência de mutações e boa viabilidade de células cultivadas nesse material. Núcleos de zircônia para próteses parciais fixas em dentes anteriores e posteriores e em implantes agora estão disponíveis. Uma avaliação clínica dos pilares e periodonto deve ser realizada antes do uso. A opacidade da zircônia é muito útil em situações clínicas adversas, como, por exemplo, para mascarar pilares de dentes discrômicos. A radiopacidade pode ajudar na avaliação durante os controles radiográficos. As estruturas de zircônia são realizadas usando uma tecnologia de design/manufatura auxiliado por um computador (CAD/CAM). A cimentação das restaurações de cerâmicas de zircônia pode ser realizada com cimentação adesiva. As propriedades mecânicas da zircônia em prótese parcial fixa provaram ser superiores àquelas restaurações de qualquer outro material livre de metal. As avaliações clínicas, que têm ocorrido por três anos, indicaram uma boa taxa de sucesso para as zircônias em prótese parcial fixa. Os implantes de pilares de zircônia também podem ser utilizados para melhorar o resultado estético de reabilitações implanto-suportadas. Implantes de zircônia propostos recentemente parecem ter boas propriedades mecânicas e biológicas; estudos adicionais são necessários para validar suas aplicações.

Kern et al.⁴⁰, em 2009, avaliaram a influencia de tratamentos de superfície para a união entre zircônia e resina. Segundo a pesquisa, a abrasão à ar parece ser mandatória para uma união duradoura entre zircônia e resina. Contudo, a abrasão a ar também pode comprometer a resistência mecânica da cerâmica através do

surgimento de defeitos de superfície, que podem ser locais de concentração de tensão, levando à falha. Portanto, reduzir a pressão durante a abrasão a ar ou omiti-la completamente pode ser vantajoso para reduzir os efeitos negativos causados por esta. Os autores testaram a hipótese nula de que, ao omitir a abrasão a ar ou reduzir a pressão, a união entre zircônia e cerâmica não seria afetada, independentemente da utilização de primers. Para os materiais e métodos, portanto, três condições de superfície mecânica (polida = sem abrasão a ar, abrasão a ar com 50 μm Al_2O_3 a 0,05 MPa, ou a 0,25 MPa) e quatro condições de primers (sem primer = NP, primer de metal/zircônia = MZP, primer de liga = AP, ou primer de cerâmica Clearfil = CCP) foram testadas. Depois de diferentes condicionamentos de superfície, amostras de zircônia foram unidas, e a força de ligação elástica foi avaliada depois de armazenamento em água por três dias ou por 150 dias com um adicional de 37,500 ciclos de ciclagem térmica para envelhecimento artificial. Os resultados demonstraram que omitir a abrasão a ar resultou em descolamento das amostras durante o envelhecimento artificial, independentemente do uso de primers. A combinação de abrasão a ar e primer melhorou significativamente uma união duradoura entre resina e zircônia. Com a abrasão a ar de baixa pressão, a rugosidade de superfície foi reduzida sem afetar a força de ligação em longo prazo, desde que primers adesivos adequados fossem aplicados. Falhas adesivas completas na superfície da zircônia sem qualquer resíduo de resina composta foram encontradas em: grupos sem abrasão a ar e primers (depois de 3 e 150 dias de armazenamento); grupos com abrasão a ar, mas sem primers (após 150 dias de armazenamento); e grupos com primers sem abrasão a ar (após 150 dias de armazenamento). Concluindo, quando cimentos resinosos são utilizados sem qualquer monômero adesivo, a combinação de abrasão a ar e primer é necessária para alcançar união duradoura em zircônia. Para minimizar possíveis efeitos de danos na superfície, resultantes de abrasão a ar em pressões relativamente altas, a abrasão a ar com baixas pressões com primers adesivos apropriados parece ser um método efetivo para formar fortes e duradouras uniões entre cimento resinoso e zircônia.

Blatz et al.⁵⁷, em 2010, comparou a resistência de união ao cisalhamento de seis cimentos resinosos autoadesivos (BisCem/BC; Maxcem/MC; G-Cem/GC; RelyX Unicem Clicker/RUC; RelyX Aplicador Unicem/RUA; Clearfil SA Cement/CSA) na

zircônia com e sem jateamento de partículas de óxido de alumínio de 50 μm , após termociclagem. Todos os cimentos analisados apresentaram forças de união maiores quando a superfície da zircônia foi jateada do que quando não foram, porém essas diferenças não foram estatisticamente significantes para os grupos BC e MC. Sem jateamento, os grupos RUA, GC e CSA revelaram maior força de união que os outros cimentos, e com jateamento foram os grupos GC e CSA. O modo de falha foi 100% adesiva. Os autores concluíram que as resistências de união dos cimentos resinosos autoadesivos à zircônia eram altamente variáveis e aumentavam com o jateamento de partículas de óxido de alumínio; e cimentos contendo monômeros adesivos, como MDP ou 4-META, proporcionam melhor união do que outros cimentos.

Attia et al.¹⁴, em 2011, realizaram um estudo com base na dificuldade de manter uma união durável com a zircônia em condições clínicas, efetuando testes com a aplicação de um novo primer universal para avaliar a melhora na durabilidade dessa união. Quanto aos materiais utilizados, 96 discos de zircônia foram fabricados. Os discos foram condicionados de duas maneiras: abrasão com partículas aerotransportadas de óxido de alumínio com 110 μm (AB) ou revestimento de sílica (SC). Posteriormente, os discos foram limpos com ar isento de óleo (A) ou por ultrassom (U) em álcool. Um silano convencional - EspeSil (S) ou um primer universal - Monobond Plus (P) foi aplicado a superfície condicionada. Seis grupos ($n = 16$) foram testados: SC-A-S; SC-U-S; SC-A-P; SC-U-P; AB-A-P, e AB-U-P. Tubos plásticos transparentes preenchidos com resina composta foram colados em discos de zircônia pré-tratados com cimento adesivo (Multlink Automix). Cada grupo foi dividido em dois subgrupos ($n = 8$), que foram armazenados de duas maneiras: três dias em água a 37 °C sem ciclagem térmica, ou 150 dias em água a 37 °C e 37,500 ciclos térmicos. Os valores de força de ligação elástica foram registrados com uma máquina de teste universal. Análises estatísticas foram conduzidas com ANOVA unidirecional, bidirecional e tridirecional, e pós-teste de Tukey (HSD) ($\alpha=.05$). Os resultados indicaram que o armazenamento em água de 150 dias com ciclagem térmica produziu valor médio de força de ligação elástica (em MPa) significativamente menor do que o grupo com armazenamento de 3 dias sem a ciclagem térmica para os seguintes grupos: SC-A-S, ($38,3 \pm 9,7/11,3 \pm 5,1$); SC-U-S, ($31,5 \pm 8,5/4,8 \pm 6,9$), e AB-A-P, ($42,5 \pm 7,2/21,7 \pm 6$). Por outro lado, o armazenamento

de 150 dias com ciclagem térmica não diminuiu o valor de força de ligação elástica para os grupos: SCA-P, ($44 \pm 6,4/36 \pm 7,3$; $P = 0,6$); SC-U-P, ($45,2 \pm 4,7/38,1 \pm 6,2$; $P=0,8$); e AB-U-P, ($44,1 \pm 8,9/33 \pm 9$; $P=0,2$). Com isso, os autores puderam concluir que um novo primer universal melhorou significativamente a durabilidade da união entre resina e zircônia do que um silano convencional. Os métodos de limpeza utilizados depois do condicionamento de superfície tiveram apenas um pequeno efeito na durabilidade da união entre zircônia e resina depois do armazenamento de 150 dias em água e ciclagem térmica.

Moon et al.⁹, em 2011, avaliaram o efeito da ordem de sinterização e tratamento de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre uma Y-TZP e cimentos resinosos. Os cilindros de Y-TZP foram jateados (partículas de óxido de alumínio de 70 μm) e depois sinterizados ou sinterizados e depois jateados (partículas de óxido de alumínio de 50 μm), e analisados por meio de difração de raios-X, espectroscopia de energia dispersiva de raios-X e microscopia confocal de varredura a laser. Após cimentação, os espécimes foram submetidos a termociclagem (5,000 ciclos) previamente ao ensaio mecânico. A Y-TZP pré-sinterizada apresentava quase 100% de fase tetragonal e após jateamento (70 μm) houve transformação para fase monoclinica, a qual diminuiu drasticamente após a realização da sinterização. Para Y-TZP já sinterizada, notou-se a transformação para fase monoclinica após o jateamento. A rugosidade superficial (S_a) foi semelhantes para ambas as condições. Os autores concluíram que o jateamento com partículas de óxido de alumínio antes da sinterização tem vantagens como a redução no tempo total de uma restauração de zircônia, uma vez que o tratamento térmico após o jateamento reduz a quantidade de fase monoclinica produzida, o aumento do conteúdo da fase tetragonal após a sinterização pode ser alcançado e, com isso, pode haver uma melhora nas propriedades mecânicas da zircônia, e o tipo de rugosidade superficial produzido com menor tendência de levar ao início de propagação de fraturas.

Kim et al.¹³, em 2014, tiveram como objetivo comparar a sensibilidade de três métodos de teste de cisalhamento medindo a resistência de união ao cisalhamento do cimento resinoso à cerâmica de zircônia, e avaliaram os efeitos dos métodos de tratamento de superfície na união. Os materiais utilizados foram discos de zircônia polidos (Cercon® base, DeguDent), que foram divididos aleatoriamente em quatro

grupos, de acordo com o tratamento de superfície: sem tratamento (C), abrasão com partículas aerotransportadas (A), condicionamento com primer Alloy (Kurakay Mecical Co.) (P) e condicionamento com primer Alloy depois da abrasão com partículas aerotransportadas (AP). A força de união do cimento resinoso (Multilink N, Ivoclar Vivadent) às amostras de zircônia de cada grupo foi determinada por três testes de resistência de união ao cisalhamento: o teste convencional de resistência de união ao cisalhamento com preenchimento direto do molde ($\varnothing$ 4 x 3 mm) com cimento resinoso (Método 1), o teste convencional de resistência de união ao cisalhamento com cimentação de cilindros compostos ($\varnothing$ 4 x 3 mm) usando cimento resinoso (Método 2), e o teste de micro resistência de união ao cisalhamento com cimentação de cilindros compostos ($\varnothing$ 0.8 x 1 mm) usando cimento resinoso (Método 3). Os resultados demonstraram que ambos os métodos de testes e o tratamento de superfície influenciaram significativamente nos valores de resistência de união ao cisalhamento. No Método 3, conforme o valor da resistência de união ao cisalhamento aumentava, os coeficientes de variação diminuíram e os parâmetros de Weibull aumentaram. Os grupos AP demonstraram o maior valor de resistência de união ao cisalhamento em todos os métodos testes. Apenas o Método 3 fez com que o grupo P apresentasse um valor maior de resistência de união ao cisalhamento que o grupo A. Concluindo, o teste de micro resistência de união ao cisalhamento foi mais sensível para diferenciar os efeitos dos métodos de tratamento de superfície do que os testes convencionais de resistência. O condicionamento com o primer foi um fator contribuinte para a união da resina na zircônia mais forte do que a abrasão com partículas aerotransportadas.

Em 2015, Sciasci et al.²⁹ analisaram o efeito de tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento de cimentos à Y-TZP. Os tratamentos realizados foram jateamento de partículas de óxido de alumínio de 50 μ m, de 120 μ m, partículas de óxido de alumínio revestidas de sílica de 30 μ m (Rocatec Soft), de 110 μ m (Rocatec Plus), partículas de óxido de alumínio de 120 μ m + partículas de óxido de alumínio revestidas de sílica de 110 μ m (Rocatec Plus). Os discos de Y-TZP foram cimentados em discos de resina composta com RelyX Luting 2, RelyX ARC, RelyX U100 e Panavia F, e termociclados após cimentação (10,000 ciclos). Os autores observaram que o tratamento de superfície, cimento e a interação entre eles foram estatisticamente significantes; o modo de falha foi adesivo para todas as

amostras; as superfícies jateadas apresentaram Al e Si na sua composição (EDS); e os diferentes tamanhos de partículas jateadas forneceram diferentes padrões morfológicos na superfície (MEV). Foi concluído que o tamanho das partículas jateadas não influenciou na resistência de união ao cisalhamento dos grupos jateados exclusivamente com partículas de óxido de alumínio ou revestidas com sílica, o pré-tratamento com partículas de óxido de alumínio antes de utilizar o Rocatec Plus, como é recomendado pelo fabricante, não era necessário, o cimento RelyX ARC foi mais dependente do tratamento de superfície do que o RelyX U100 ou Panavia F.

Xie et al.², em 2015, avaliaram a união entre resina e zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (*Y-TZP*), através de revestimento de sílica seguido de silanização, e três adesivos universais autocondicionantes, com ou sem condicionamento prévio com um primer de zircônia. Para a metodologia, três amostras de *Y-TZP* (n=160) foram condicionadas com um revestimento de sílica triboquímica e silanização (CS), ou jateamento de alumina com um dos seguintes fosfatos de di-hidrogênio metacriloidecílico (MDP) – os fabricantes alegam que componentes como esse permitem a união de superfícies sem o uso de primers - contendo adesivos ou primers: Z-Prime PlusTM (primer de zircônia, ZP), Single Bond UniversalTM (SU), Clearfil Universal BondTM (CU) ou All-Bond UniversalTM (AU). Ademais, algumas amostras (que ficaram classificadas como ZPSU, ZPCU e ZPAU) receberam Z-Prime PlusTM seguido de um dos três adesivos. Depois de armazenamento em água por 24 h e “envelhecimento” (20,000 ciclos térmicos mais um adicional de 40 dias de armazenamento em água), a resistência de união ao cisalhamento foi mensurada. Para a caracterização da união química entre os primers/adesivos e zircônia, os autores utilizaram espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-x. Também houve a realização de cálculos termodinâmicos, para examinar a estabilidade hidrolítica de duas uniões químicas: entre MDP e zircônia e entre dióxido de silício e silano. Os resultados demonstraram que os grupos CS e ZPCU revelaram maior resistência de união ao cisalhamento do que os outros seis grupos. Não houve grandes diferenças de união entre ZP, SU, e ZPSU, ou entre ZP, AU e ZPAU. O envelhecimento levou a uma redução significativa de resistência de união ao cisalhamento para todos os grupos, exceto CS e ZPCU. Não houve,

estatisticamente, uma interação significativa entre tratamento de superfície e envelhecimento. A espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios x determinou as uniões químicas entre MDP e zircônia. A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier revelou mudanças similares nos picos de fosfato para todos os grupos de primer e/ou adesivo. Os cálculos termodinâmicos mostraram que o constante equilíbrio entre o sistema de dióxido de silício e silano é muito maior que o sistema entre MDP e zircônia na fase tetragonal. Baseado nesse estudo, e dentro das suas limitações, os autores puderam ter as seguintes conclusões: (1) Para melhorar a união da *Y-TZP*, adesivos autocondicionantes combinados com jateamento de alumina parecem ser uma alternativa ao revestimento de sílica triboquímica combinado com silanização; (2) Um tratamento prévio nas superfícies da *Y-TZP* com um primer de zircônia não é necessariamente benéfico para algumas marcas de adesivos autocondicionantes; (3) A união entre resina e *Y-TZP* é mais suscetível à hidrólise quando primer de zircônia ou adesivo autocondicionante são utilizados sozinhos, quando comparado ao revestimento de sílica triboquímica com silanização.

Em 2016, Al-Harbi et al.³⁴ objetivaram comparar o efeito de sistemas adesivos (primer metálico/cimento resinoso) sobre a resistência de união ao cisalhamento entre *Y-TZP* e núcleos metálicos, de zircônia ou de resina composta. Os discos de zircônia foram cimentados com Z-Prime Plus/BisCem, Zirconia Primer/Multilink Automix ou Clearfil Ceramic Primer/Clearfil SA. Como resultado, os autores observaram que o sistema BisCem/Z-prime Plus e Clearfil SA/Clearfil Ceramic apresentaram valores maiores de resistência de união do que o sistema Multilink Automix/Zirconia Primer. Em relação ao material do núcleo, a zircônia apresentou menor resistência quando comparada com o metal (Ni-Cr) e resina composta. O sistema Clearfil SA/Clearfil Ceramic com núcleo em metal produziu o maior valor de resistência de união, enquanto o menor foi obtido quando o sistema Multilink Automix/Zirconia Primer foi utilizado com o núcleo em zircônia. Os autores concluíram que a utilização do sistema Clearfil SA/Clearfil Ceramic, o qual é baseado em MDP, aumentou a resistência de união da *Y-TZP* ligada aos tipos de materiais de núcleos; os núcleos de resina composta e de metal (Ni-Cr) apresentaram maiores valores de resistência.

A partir de uma revisão sistemática e metanálise realizada em 2016, Aurélio et al.³⁷ avaliaram os efeitos do jateamento de partículas (tamanho, pressão ou duração de tempo) sobre a resistência mecânica e transformação de fases de uma Y-TZP, imediatamente ou após envelhecimento. Segundo os autores, há uma variedade de estratégias e configurações para a realização de jateamento de partículas e essa variedade obscurece a compreensão dos efeitos do jateamento na resistência e na transformação de fase da Y-TZP. Os resultados da metanálise mostraram que o tratamento de superfície por meio do jateamento de partículas melhorou a resistência à flexão da Y-TZP, independente das condições do jateamento e da realização ou não de envelhecimento. Tensões mecânicas, temperatura e ambientes úmidos podem influenciar na degradação da força da Y-TZP e o jateamento gera transformação de fase tetragonal para monoclinica na sua superfície, criando uma camada de tensões residuais de compressão a partir da expansão volumétrica de 3 a 4% do grãos. A transformação de fase apresenta tendência a ser aumentada pelo jateamento imediatamente ou com até 2 h após envelhecimento, mas quando envelhecido por 12 h ou mais, a Y-TZP jateada apresentou menor quantidade de fase monoclinica quando comparada ao controle.

Vicente et al.⁸, 2016, avaliaram a influência de carga cíclica na resistência de união ao cisalhamento de um cimento resinoso autoadesivo à superfícies da zircônia após irradiação com laser femtosegundo em diferentes etapas e vários tratamentos de superfície convencionais. Para os materiais, 150 amostras de zircônia em forma de quadrado foram divididas em cinco grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície: grupo NT – sem tratamento/grupo controle; grupo APA25 – abrasão com partículas aerotransportadas de alumina (25 µm); grupo TSC – revestimento com sílica triboquímica; grupo FS20 – irradiação com laser femtosegundo (800 nm, 4 mJ, 40 fs/pulso, 1 kHz, etapa de escaneamento 20 µm); e grupo FS40 – mesmos procedimentos do grupo anterior, com a mesma irradiação de laser femtosegundo, com a diferença de que a etapa de escaneamento foi 40 µm. Cilindros de cimento resinoso autoadesivo foram unidos no centro da superfície da zircônia. Todos os grupos experimentais foram divididos em dois subgrupos, de acordo com a aplicação ou não de carga cíclica. Para cada grupo experimental, metade das amostras (n = 15) foi sujeita a carga cíclica sob 90 N (50.000 ciclos, 3 ciclos/segundo), e a restante foi armazenada em água destilada a 37 °C. Todos os

subgrupos foram testados para resistência de união ao cisalhamento com uma máquina de teste universal em uma velocidade de cruzeta de 0.5 mm/minuto, até a fratura. Os resultados foram analisados estatisticamente, utilizando ANOVA e microscopia eletrônica de varredura. Quando a carga cíclica foi aplicada, todos os tratamentos de superfície tiveram valores de resistência de união ao cisalhamento menores, com exceção do grupo APA25. Os autores puderam concluir, portanto, que, com base nos resultados, quando a carga cíclica é aplicada, a efetividade adesiva da interface zircônia-resina diminui quando qualquer um dos tratamentos de superfície de zircônia é aplicado previamente, com exceção da abrasão com partículas aerotransportadas de alumina, que não é afetada por carga cíclica. O tratamento de zircônia com irradiação a laser femtosegundo e com revestimento de sílica triboquímica melhorou a resistência de união da interface zircônia-resina. A irradiação com laser femtosegundo nas etapas 20 e 40 tiveram valores similares de resistência de união ao cisalhamento, mas o tempo de radiação na etapa 40 é metade da etapa 20. Portanto, a etapa 40 é preferível, por ser mais eficiente e rápida, e pode ser uma maneira confiável de alcançar a adesão desejada e adequada entre zircônia e cimentos resinosos.

Noda et al.⁵⁸ avaliaram o efeito de agentes de tratamentos de superfície químicos (sistemas adesivos) na resistência de união ao cisalhamento de cerâmicas (feldspática, dissilicato de lítio e zircônia) submetidas (5,000 ou 10,000 ciclos) ou não à termociclagem. Eles observaram que todos os fatores apresentaram efeito significativo na resistência de união. Para a zircônia, os autores observaram que a termociclagem diminuiu a resistência de união para todos os grupos após 5,000 ciclos e mais ainda após 10,000 ciclos. A durabilidade da ligação cimento resinoso/cerâmica pode ser avaliada in vitro por armazenagem em água e/ou termociclagem, devido a susceptibilidade dos materiais de união (cimentos resinosos e sistemas adesivos) sofrerem degradação hidrolítica. Os autores concluíram que o adesivo universal autocondicionante de uma etapa, que apresenta água em sua composição, apresentou menor resistência de união aos materiais cerâmicos analisados do que os que não apresentam água. A termociclagem reduziu a resistência de união de todos os materiais cerâmicos, independente do tratamento de superfície.

Ainda em 2017, Tostes et al.⁵⁹, analisaram o efeito do jateamento de diferentes partículas na transformação de fase (DRX), rugosidade (perfilometria), topografia (MEV) e composição elementar (EDS) em diferentes tipos de zircônia (Lava Frame, Lava Plus e IPS ZirCad). Os tratamentos de superfície realizados foram: sem tratamento, jateamento de partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (30 μm), jateamento de partículas de óxido de alumínio de 50 e 150 μm . Eles observaram que após os tratamentos de superfície, houve transformação de fase tetragonal para monoclínica e para cúbica para todos os tipos de zircônia. A rugosidade de superfície (S_a e S_v) foi influenciada pelo tamanho da partícula jateada, com aumento significativo de 30 para 150 μm . Após os tratamentos de superfície, todas as cerâmicas apresentaram Al e Si na sua composição superficial (EDS) de acordo com o tratamento, variando a concentração. As imagens de MEV mostraram que os tratamentos de superfície formaram microrretenções em forma de sulco, aumentando com o diâmetro das partículas. Os autores concluíram que, independente do tipo e do tamanho das partículas jateadas, houve transformação de fase tetragonal para monoclínica, aumento da rugosidade de superfície e alteração da composição elementar das zircônias analisadas. No entanto, quando utilizado partículas de óxido de alumínio de 150 μm , os resultados foram mais eficazes.

Farhan et al.³⁹, em 2018, estudaram os efeitos de novos revestimentos de superfície de zircônia nas propriedades de superfície e resistência de união do substrato de revestimento de zircônia. Segundo os autores, as restaurações dentais de cerâmica de zircônia demonstraram uma fraca força de união ao revestimento de cerâmica porque não há conteúdo de vidro inerente junto com uma ligação covalente não polar na sua matriz. Para os materiais e métodos, portanto, dois revestimentos de zircônia por pulverização de aerógrafo foram usados como um novo tratamento de superfície em substrato de zircônia para criar rugosidade superficial e resistência de união melhorada à cerâmica de revestimento. Pó de zircônia estabilizada com ítria (YSZ) não sinterizado foi parcialmente sinterizado a 1100°C para produzir pós com dois tamanhos diferentes de partículas: A = $26.0 \pm 0.3 \mu\text{m}$ e B = $47.0 \pm 0.5 \mu\text{m}$. Blocos não sinterizados de zircônia estabilizada com ítria foram seccionados em 50 discos de 25 mm de diâmetro e 2.5 mm de espessura. Os discos foram divididos de acordo com os tratamentos de superfície, em três grupos diferentes: dez discos YSZ sinterizados foram jateados por abrasão com partículas aerotransportadas (APA)

com partículas de 50 µm de óxido de alumínio, para servir de grupo controle; vinte discos YSZ não-sinterizados foram revestidos com uma mistura de cerâmica de esmalte e pó de YSZ (M1); e vinte discos YSZ não-sinterizados foram revestidos com uma mistura de revestimento cerâmico e pó de YSZ (M2). Por conta dos diferentes tamanhos das partículas do pó de YSZ, houve a subdivisão dos grupos revestidos em: M1A, M1B, M2A e M2B, cada um contendo dez amostras, sendo A = 26 µm e B = 47 µm. A rugosidade de superfície (S_a) e morfologia, a composição elementar, a transição de fase e o teste de resistência de união ao cisalhamento foram acessados. Os dados coletados foram analisados com ANOVA unidirecional e pós-teste de Tukey (HSD). Os resultados da rugosidade de superfície demonstraram diferenças significantes entre todos os grupos. Os grupos revestidos (M1 e M2) revelaram maior valor de rugosidade superficial e resistência de união ao cisalhamento, com uma diferença significativa em relação ao grupo APA. O grupo M1B mostrou maiores valores de rugosidade de superfície (10.33 µm) e resistência de união ao cisalhamento (37.54 MPa), se distanciando dos outros grupos testados por conta do alto valor. Os autores puderam concluir, portanto, que, por mais que o jateamento de partículas aerotransportadas seja um tratamento de superfície comum entre a zircônia estabilizada com ítria, há o efeito adverso de alterar a fase da YSZ de tetragonal para monoclinica, o que vem acompanhado de geração de tensão na camada de revestimento e diminui a força de união ao substrato de zircônia. Os novos tratamentos com revestimento de superfície são promissores e fáceis para obter uma superfície mais rugosa, o que, conseqüentemente, melhora a força de união à cerâmica de revestimento sem mudanças de fase, principalmente o tratamento do grupo M1B, que revelou os melhores valores em comparação com o restante.

Polli et al.⁴², em 2018, avaliaram o efeito do desgaste e da queima de regeneração no limite de fadiga flexural e caracterização de superfície de uma Y-TZP (Lava Frame). Os grupos analisados foram: controle; desgaste com pedra diamantada sob refrigeração; desgaste sem refrigeração; controle pós nova queima; desgaste sob refrigeração e sem refrigeração e nova queima. O desgaste produziu mudanças significativas nas características da superfície da Y-TZP, sendo maiores as mudanças produzidas a partir do desgaste sem refrigeração. A queima de regeneração e a ciclagem mecânica não produziram alterações na topografia da

superfície. O conteúdo de fase monoclinica diminuiu após a queima e a fase tetragonal aumentou devido a reversão de fase causada por uma nova queima do material, e o desgaste, com ou sem refrigeração, diminuiu o conteúdo de fase tetragonal. Apesar de levar a uma transformação reversa de fases, a nova queima não elimina as falhas, microfissuras, presentes no material, o que pode culminar na fratura do mesmo. Os autores concluíram que o limite de fadiga aumentou após o desgaste sob refrigeração, independente da queima de regeneração e esta aumentou o limite de fadiga da Y-TZP, enquanto reduziu sua força após o desgaste. No geral, a queima de regeneração diminuiu ou zerou o nível de fase monoclinica.

Barreto et al.⁴³, em 2019, declararam que ainda falta um consenso sobre os benefícios do jateamento na superfície da zircônia com partículas de óxido de alumínio de diferentes tamanhos. Assim, o objetivo do estudo foi avaliar o efeito de diferentes tamanhos de partículas de óxido de alumínio jateadas na superfície da zircônia em relação as suas propriedades mecânicas. As partículas utilizadas foram de 45 ou 150 µm e metade das amostras foi armazenada em água e a outra, submetida a ciclagem mecânica. Foi realizada análise da composição cristalina da zircônia por meio de difração de raios-X e espectroscopia micro-Raman. O tamanho das partículas jateadas não foi significativo para a resistência à flexão, mas a fadiga mecânica diminuiu os valores de resistência. Todos os grupos apresentaram apenas fase tetragonal em sua composição cristalina. Os autores observaram que o jateamento com partículas de óxido de alumínio não interferiram no desempenho mecânico da zircônia, indicando que o jateamento pode ser utilizado com segurança para promover um melhor intertravamento entre a zircônia e cimentos resinosos, e a zircônia pode ser afetada pela fadiga mecânica a longo prazo.

Para Chen et al.⁵⁶, o método mais utilizado para avaliar a resistência de união da zircônia à materiais resinosos é o teste de resistência de união ao cisalhamento, porém os resultados variam entre diferentes estudos. Os autores, então, realizaram um estudo em 2019 na tentativa de promover uma padronização do teste de resistência de união ao cisalhamento na avaliação da união da zircônia e para investigar os fatores que poderiam afetar os resultados. Espécimes compostos por zircônia/cimento resinoso/resina composta foram utilizados para simular uma carga por força de cisalhamento pela modelagem de elementos finitos tridimensionais, no qual a distribuição de tensão (uniforme, não uniforme), diferentes espessuras de

cimento resinoso e diferentes módulos de elasticidade da resina composta foram analisados. A largura plana da carga foi um importante fator para os resultados obtidos. A diferença na espessura do cimento resinoso e da resina composta levaram a variação na área de acúmulo de tensão. O resultado do teste de resistência de união ao cisalhamento mostrou que a carga utilizada era negativamente correlacionada com a espessura do cimento e positivamente com os valores de resistência. Os autores concluíram que ainda é um desafio garantir a repetibilidade do teste de cisalhamento devido a ausência de padronização; durante o teste de resistência, a espessura da resina composta deve ser consistente com a largura plana da carga para haver uma distribuição apropriada da tensão; quando a espessura da resina composta era de 3 e 4 mm, uma largura plana de carga igual era recomendada; a escolha da resina composta com menor módulo de elasticidade criaria um valor de resistência de união ao cisalhamento maior.

Em 2019, Martins et al.³⁸ avaliaram a influência das partículas jateadas na caracterização de superfície e na resistência ao cisalhamento de uma Y-TZP com cimentos resinosos. O jateamento na superfície da zircônia foi realizado com partículas de óxido de alumínio de 50 µm e de 120 µm e partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica de 30 µm e 110 µm, antes, depois e antes e depois da sinterização da zircônia. Os discos de Y-TZP foram cimentados com cimento resinoso RelyX ARC. Para caracterização de superfície, os autores analisaram a rugosidade de superfície, molhabilidade, morfologia e composição elementar. A rugosidade analisada variou de acordo com o momento e tamanho de partículas jateadas, sendo que após a sinterização a rugosidade foi menor; o tamanho das partículas não influenciou na molhabilidade da zircônia pelo silano; a resistência de união variou de acordo com as variáveis. Os autores concluíram que a rugosidade foi influenciada pelo tamanho das partículas e foi maior quando o jateamento foi realizado na zircônia pré-sinterizada; o tipo de partículas influenciou na molhabilidade, independente do momento que foram jateadas; e a resistência de união apresentou maiores valores nos três momentos avaliados.

Martins et al.¹⁰, ainda em 2019, analisaram a influência do momento do jateamento (antes ou depois da sinterização), do tamanho das partículas jateadas (partículas de óxido de alumínio de 50 ou 120 µm) e do envelhecimento (24h, mecânico ou hidrotérmico) na resistência à flexão biaxial de uma Y-TZP. Os autores

também analisaram a transformação de fase do material cerâmico. O envelhecimento, quando comparado com o grupo controle de 24h, aumentou significativamente a resistência dos grupos não jateados antes da sinterização, sem influência nos grupos jateados após a sinterização. Os grupos jateados com partículas de 120 μm após a sinterização alcançaram os maiores valores de resistência à flexão. Os grupos jateados com partículas de 120 μm , antes da sinterização e após 24h de armazenagem, e o jateado com partículas de 50 μm antes da sinterização apresentaram os menores valores de resistência. O jateamento aumentou a quantidade de fase monoclinica na zircônia antes da sinterização, tendo um maior aumento quando realizado jateamento com partículas de 50 μm do que com de 120 μm . A sinterização eliminou o conteúdo de fase monoclinica e o jateamento após a sinterização induziu a transformação de fase tetragonal para monoclinica de 12, 5% e 32,3% para as partículas de 50 e 120 μm , respectivamente. Os autores concluíram que o tratamento de superfície antes da sinterização produziu um desempenho inferior comparado após a sinterização sob as condições de envelhecimento e a resistência à flexão foi determinada pelo tamanho das partículas e pelo momento do jateamento.

Ainda em 2019, uma revisão sistemática realizada por Russo et al.⁵⁴ classificou e analisou os métodos e materiais existentes indicados para melhorar a adesão da zircônia ao substrato dental por meio de cimentos resinosos, explorando a atualidade de métodos de tratamentos de superfície. A armazenagem em água a longo prazo e a termociclagem são métodos de envelhecimento artificial comumente utilizados e que afetam a união da zircônia à cimentos resinosos e, por isso, foram incluídas nas análises. Os principais protocolos de adesão à zircônia envolvem a etapa do condicionamento mecânico seguido da aplicação de um agente de adesão químico. O jateamento de partículas de óxido de alumínio é um processo que utiliza a energia liberada pelo impacto das partículas, emitida por um fonte de alta velocidade, promovendo a erosão do material com a formação de uma superfície áspera, limpa e molhada, mas também pode levar a formação de danos, defeitos e rachaduras na superfície. Os agentes de adesão, como cimentos e primers baseados em 10-MDP são utilizados. Soluções contendo 10-MDP podem promover melhor adesão, mas os cimentos com 10-MDP por si só não são capazes de manter a adesão após a termociclagem e o uso de um agente de união baseado em 10-

MDP pode ser capaz de aumentar a resistência de união tanto de um cimento resinoso autoadesivo como convencional. Os autores concluíram que a combinação de um tratamento mecânico e químico é essencial para uma boa adesão, sendo eles o jateamento com partículas de óxido de alumínio ou revestidas com sílica e o uso de agente de união químicos baseados em 10-MDP. Um protocolo de adesão que apresente resultados inequívocos ainda não foi estabelecido.

Já em 2020, Kansal et al.⁶⁰ compararam a resistência de união ao cisalhamento de cerâmicas de alta resistência (dissilicato de lítio e zircônia) à estrutura dental, influenciada por diferentes tipos de cimentos resinosos (RelyX U200 e RelyX Ultimate) após a termociclagem. A termociclagem afetou a resistência de união para ambos os materiais cerâmicos cimentados com ambos cimentos resinosos. O RelyX Ultimate, utilizado com o Single Bond Universal, apresentou maior resistência de união do que o RelyX U200 quando utilizado no dissilicato de lítio, com e sem termociclagem. Foi observada uma alta diferença na resistência entre os cimentos após a termociclagem quando utilizados na zircônia. Os autores concluíram que o RelyX Ultimate, juntamente com o Single Bond Universal, foi considerado superior em comparação ao RelyX U200; a termociclagem afetou a resistência de união de ambas as cerâmicas cimentadas com ambos materiais; e a zircônia apresentou maior resistência de união ao cisalhamento em comparação ao dissilicato de lítio, com ou sem termociclagem.

Liu et al.⁶¹, em 2020, investigaram a resistência de união e o envelhecimento (5,000 ciclos térmicos) no desempenho de cinco agentes de cimentação (RelyX Ultimate/RUI, Panavia F/PF, Clearfil SA Luting/SAC, Multilink Speed/MS e RelyX Unicem/RUn) unidos à zircônia, antes e após o jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. As imagens obtidas por meio de MEV mostraram que após o jateamento, a superfície da zircônia apresentou grãos e a rugosidade pareceu aumentar significativamente. Após armazenagem em água por 24h, a resistência de união foi MS>PF>RUI>SAC>RUn, e após termociclagem foi MS>SAC≈RUI>PF≈RUn. Os autores observaram que o cimento Clearfil SA Luting apresentou boa força inicial e resistência mais durável, superior aos 17 MPa exigidos para os dentes em função, e é altamente recomendado para unir restaurações de zircônia. O uso de sistemas baseados em 10-MDP pode aumentar

a resistência de união da zircônia e o cimento como um adesivo de resina de dupla cura, autocondicionante e de uma etapa.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Obtenção dos Discos de Zircônia

Blocos pré-sinterizados de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (3,0% Y_2O_3) (VIPI BLOCK ZIRCONN; VIPI Indústria, Comércio, Exportação e Importação de Produtos Odontológicos Ltda., Pirassununga, SP, Brasil) foram usinados, sob irrigação com água, em cilindros, os quais foram seccionados em cortadeira metalográfica (Isomet 1000; Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) para a obtenção de 356 discos (6,25 mm de diâmetro X 2,5 mm de altura), necessários para a execução da metodologia. Os discos de *Y-TZP* foram submetidos à sequência de polimento manual com lixas abrasivas de carbeto de silício (granulações 600, 1000 e 1200⁴⁵) e, posteriormente, limpos em ultrassom com água destilada durante 15 min⁴⁵ e secos com papel absorvente. Após essa etapa, foi realizada a sinterização em forno específico para zircônia (Zirkonofen 600/V2; Zirkonzhan GmbH, Gais, Itália), utilizando ciclo recomendado pelo fabricante (rampa= 8°C/min até a temperatura final de 1530 °C, mantida durante 120 min). Após a sinterização, os discos de *Y-TZP* com dimensões finais de 5,0 mm de diâmetro X 2,0 mm de altura (Figura 1) foram aleatoriamente divididos em 4 grupos experimentais (N=80), de acordo com os tratamentos de superfície propostos no Quadro 1.

Figura 1 – Discos de zircônia utilizados para obtenção dos espécimes



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Quadro 1- Grupos experimentais, siglas e tratamentos de superfície da zircônia

Grupo Experimental (Sigla)	Tratamento de Superfície
Controle (AS)	Limpeza em cuba ultrassônica com água destilada durante 15 min ⁴⁵ e secagem com papel absorvente.
Jateado (J)	Jateamento (Microjateador Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha) com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (BEGO Korox, Bremen, Alemanha) durante 20 s, pressão de 2,8 bar, com distância de 10 mm ²⁹ , seguido de limpeza em cuba ultrassônica com água destilada durante 15 min ⁴⁵ .
Adesivo Universal (SBU)	Limpeza em cuba ultrassônica com água destilada durante 15 min, secagem com papel absorvente, seguida da aplicação ativa de uma camada do adesivo <i>Single Bond Universal</i> (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) por esfregaço por 20 s, seguida de fotoativação por 20 s.
Jateado + Adesivo Universal (JSBU)	Jateamento seguido da aplicação do <i>Single Bond Universal</i> , conforme descrição dos grupos J e SBU, respectivamente.

Fonte: Elaboração própria.

Após os tratamentos de superfície, os discos de zircônia foram submetidos à cimentação de discos de resina composta nanoparticulada (Filtek Z350 XT; 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)⁵².

4.2 Obtenção dos Discos de Resina Composta

Para isso, 320 discos de resina composta, com as mesmas dimensões (5,0 mm de diâmetro X 2,0 mm de altura), foram obtidos por um único operador, por meio de matriz metálica bipartida (Figura 2). Após acomodação na matriz, com tiras de poliéster revestindo suas porções superior e inferior, a resina composta foi fotopolimerizada por 40 s em suas superfícies superior e inferior⁴⁵, totalizando 80 s. O procedimento de fotoativação foi realizado com fotopolimerizador LED (Ratii-Cal;

SDI Ltd., Bayswater, Austrália), com intensidade de luz de 1200 mW/cm^2 , estando a extremidade da unidade fotopolimerizadora sobreposta à tira de poliéster.

Figura 2 – Matriz metálica bipartida utilizada na confecção dos discos de resina composta

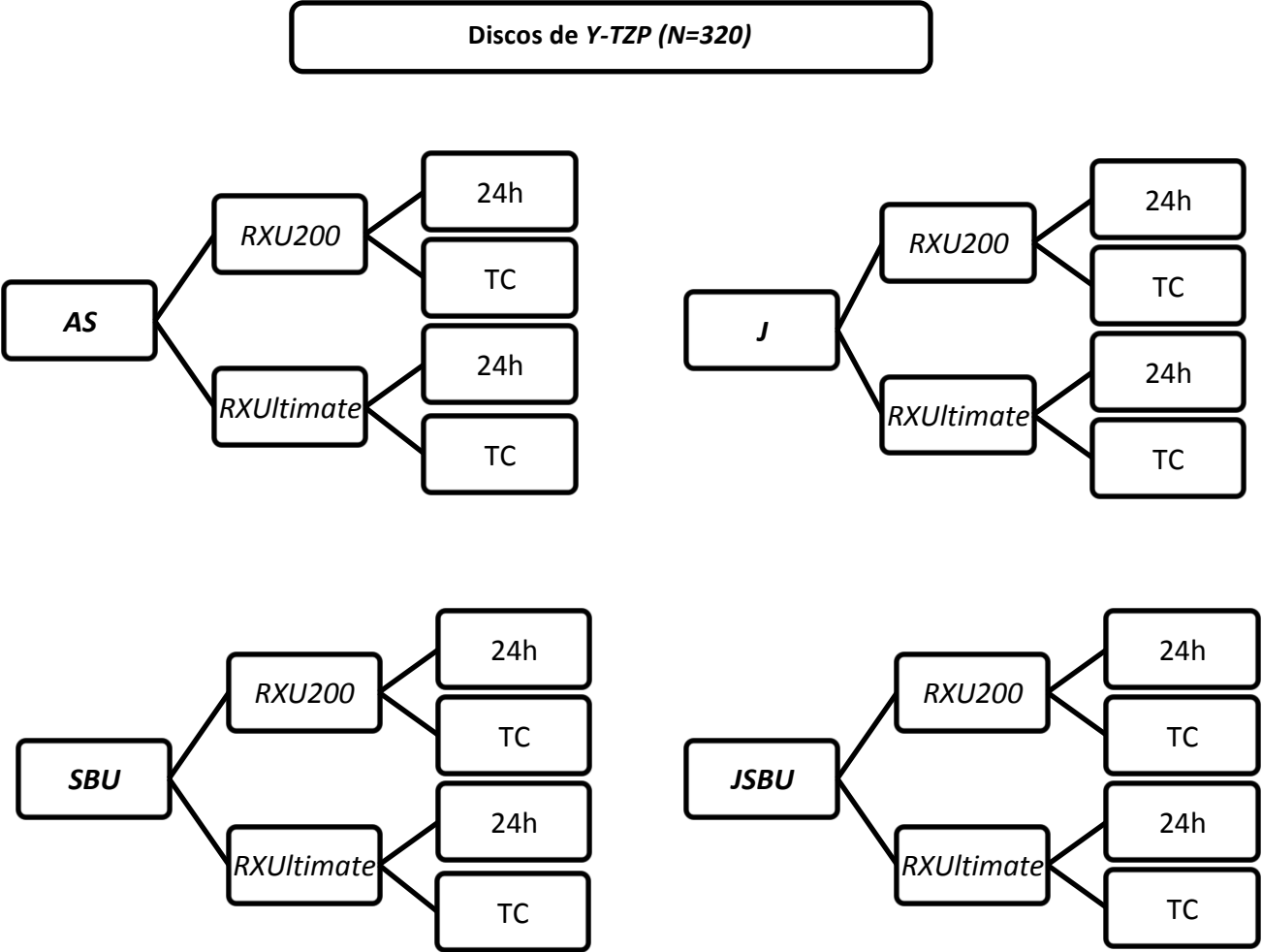


Fonte: Arquivo pessoal do autor.

4.3 Cimentação dos Discos

Os discos de resina composta (N=320) foram cimentados à superfície tratada dos discos de zircônia com os cimentos resinosos convencional *RelyX Ultimate* (*RXUltimate*) ou autoadesivo *RelyX U200* (*RXU200*; ambos da 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), conforme organograma representado na Figura 3. Os cimentos foram proporcionados em massa (0,020 g de cada pasta)²⁹ em balança de precisão ($\pm 0,0001 \text{ g}$), espatulados por 10 s e aplicados sobre a superfície da zircônia e da resina composta. Em seguida, os discos de zircônia e resina composta foram cimentados sob carga constante de 1000 gf por 5 min, sendo o excesso de cimento imediatamente removido com auxílio de aplicadores descartáveis e a interface de cimentação submetida à fotopolimerização por 40 s em cada área exposta do conjunto, totalizando 120 s ²⁹ (Figuras 4 e 5).

Figura 3 – Organograma dos grupos experimentais (*AS*, *J*, *SBU* e *JSBU*), cimentos (*RelyX U200* e *RelyX Ultimate*) e ensaio mecânico (24h = realizado após 24h de armazenagem em água destilada, TC = realizado após termociclagem)



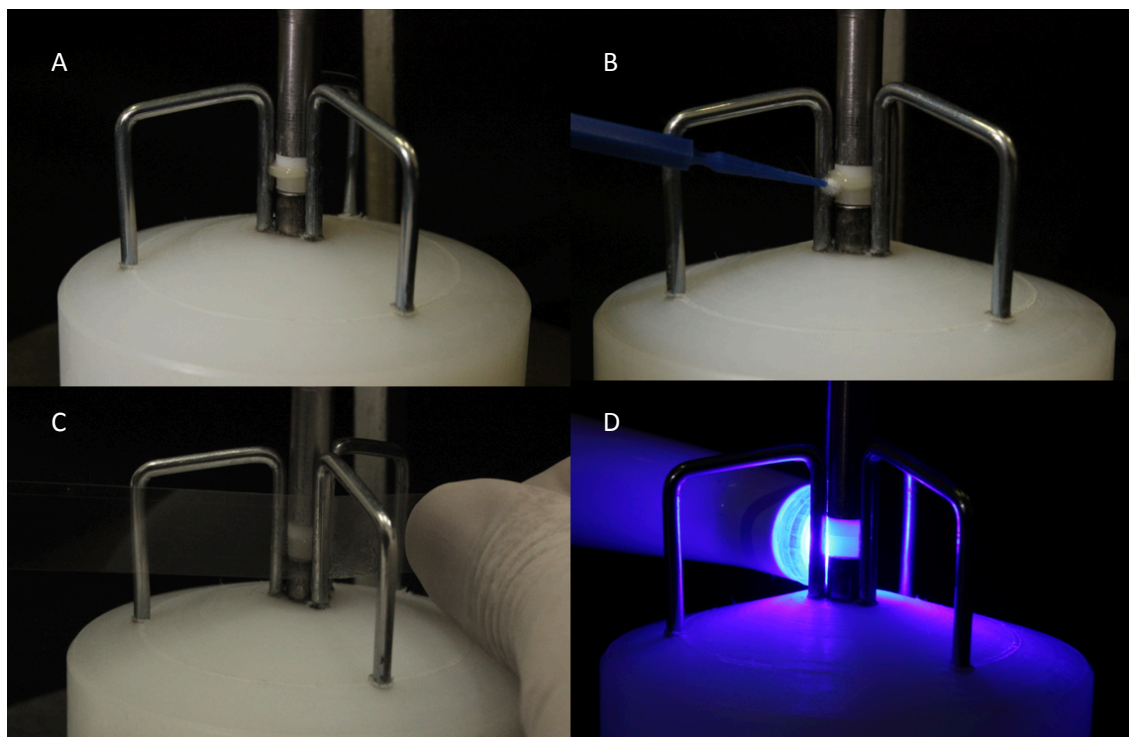
Fonte: Elaboração própria.

Figura 4 – Dispositivo utilizado para a cimentação dos discos de zircônia e de resina composta, com carga de 1000 gf



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 5 – Cimentação dos discos de zircônia e de resina composta



A: posicionamento dos discos no dispositivo; B: remoção dos excessos de cimento com aplicador descartável; C: remoção dos excessos com tira de poliéster; D: fotopolimerização da interface de cimentação.

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Após cimentação dos discos (Figura 6), os espécimes foram submetidos à armazenagem em água destilada em estufa a 37 °C por 24 h, previamente aos ensaios mecânicos.

As composições químicas dos cimentos utilizados, assim como do adesivo aplicado na superfície da zircônia nos grupos *SBU* e *JSBU*, encontram-se na Tabela 1.

Figura 6 – Espécimes representativos obtidos após a cimentação dos discos de zircônia e de resina composta



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Tabela 1 – Composição química dos materiais utilizados para cimentação

Material	Composição
<i>RelyX U200</i>	Pasta base: Pó de vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil, 1,1'-[1-(hidroximetil)-1,2-ethanodiyl] éster, dimecrilato de trietileno glicol (TEG-DMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila. Pasta catalisadora: Pó de vidro tratado com silano, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, 1-benzil-5-fenil-ácido bórico, sais de cálcio, 1,12-dodecano dimetacrilato, hidróxido de cálcio e dióxido de titânio.
<i>RelyX Ultimate</i>	Pasta base: Pó de vidro tratado com silano, 2-propanóico, 2-metil, 1,1'-[1-(hidroximetil)-1,2-etanodiilo] éster, produtos de reação com 2-hidroxi-1,3-propanodiilodimetacrilato e óxido de fósforo, dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila. Pasta catalisadora: Pó de vidro tratado com silano, dimetacrilato substituída, sílica tratada com silano, 1-benzil-5-fenil-ácido barbatúrico, sal de cálcio, p-toluenosulfato de sódio, 1,12-dodecano dimetacrilato, hidróxido de cálcio, 2-ácido propiônico, 2-metil, [(3-metóxi-propil)mina] di-2,1-etanodiil éster e dióxido de titânio.
<i>Single Bond Universal</i>	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BIS-GMA), metacrilato de 2-hidroxietila, sílica tratada com silício, álcool etílico, decametileno dimetacrilato, água, 1,10-decanodiol fosfato metacrilato, copolímero de acrílico e ácido itacônico, canforoquinona, N,N-dimetilbenzocaína, metacrilato de 2-dimetilamonoetilo, metil etil cetona.

Composição de acordo com a bula dos respectivos fabricantes.

Fonte: Elaboração própria.

4.4 Ensaios Mecânicos

Os espécimes (N=320) foram submetidos a ensaios mecânicos por meio de cisalhamento por força de tração, em máquina de ensaios eletromecânica EMIC DL2000 (EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensino Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil), acoplada com célula de carga de 2,0 kN e velocidade do atuador de 1,0 mm/min³ (Figura 7), utilizando dispositivo idealizado por Sciasci et al.²⁹ (Figura 8). Os dados de resistência de união ao cisalhamento foram obtidos em Newton e convertidos para MPa com base na seguinte fórmula:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad \sigma = \frac{N}{mm^2} \quad \sigma = \frac{N}{19.63}$$

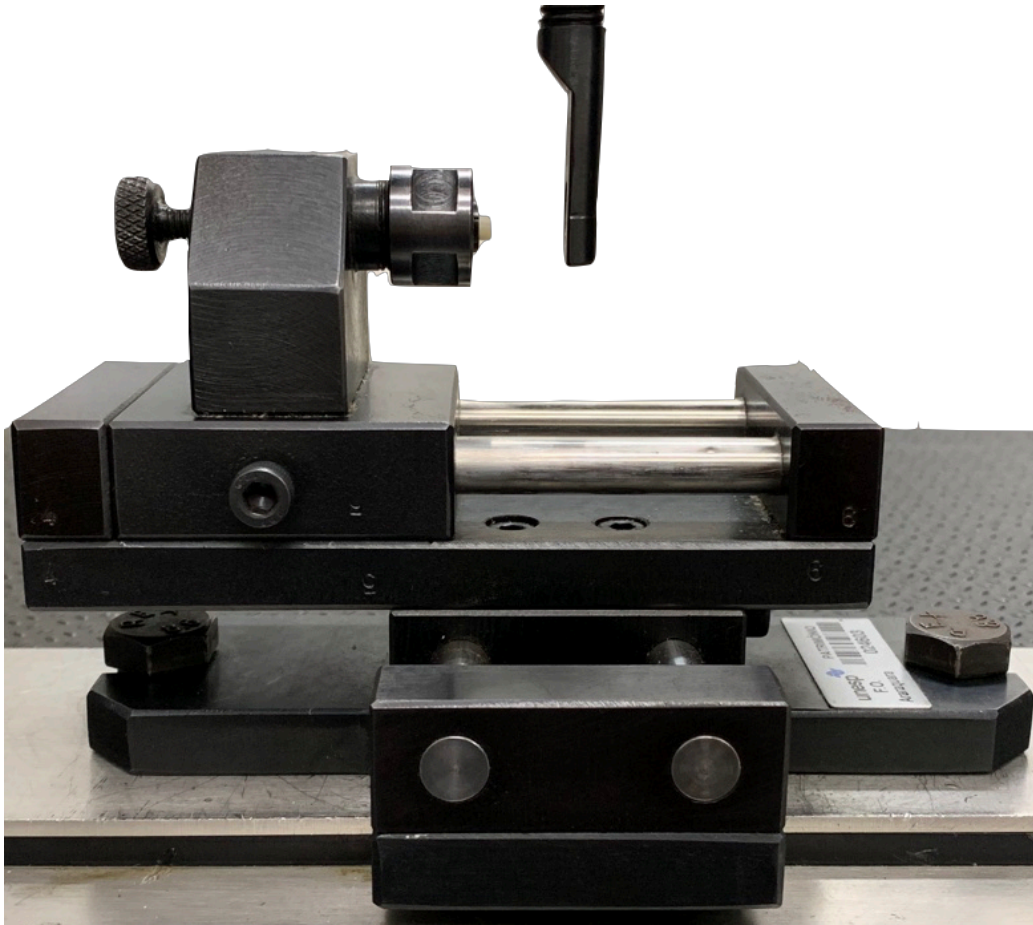
Onde, F=Newton e A=mm². Sendo $A = \pi r^2$ e $r = 2,5^2$.

Figura 7 – Máquina de ensaio eletromecânica acoplada à célula de carga e ao dispositivo utilizado para o ensaio



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 8 – Dispositivo utilizado para o ensaio de cisalhamento por aplicação de força de tração



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Metade dos espécimes (N=160) foi submetida aos ensaios mecânicos após armazenagem em água destilada em estufa a 37 °C por 24 h. A outra metade (N=160) foi submetida à termociclagem (10,000 ciclos térmicos entre 5-55 °C, com banhos de imersão de 30 s, equivalente a aproximadamente 1 ano em função in vivo²⁴, em máquina termocicladora⁶²⁻⁶⁵ (MSCT-3; Marcelo Nucci - ME; São Carlos, São Paulo, Brasil), para posterior ensaio mecânico, conforme descrição prévia.

Após os ensaios mecânicos, a interface de união dos espécimes de cada condição experimental foi avaliada em estereomicroscópio (modelo M80; Leica Microsystems Ltd., Heerbrugg, Suíça) com aumento de 20x, sendo as imagens capturadas no programa Leica Application Suite EZ (Leica Microsystems Ltd., Heerbrugg, Suíça) e as falhas classificadas em adesivas, coesivas da resina e/ou do cimento, ou mistas.

4.5 Caracterização de Superfície

Amostras de cada condição experimental foram submetidas à análises para caracterização de superfície. Para isso, amostras (N=36) nas mesmas dimensões finais após sinterização, foram submetidas aos tratamentos de superfície propostos no Quadro 1 e analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), microscopia confocal (topografia e rugosidade superficial) e difração de Raios-X (DRX).

4.5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS)

Para analisar a morfologia superficial, as amostras (n=2) de cada condição experimental foram submetidas à análise por microscopia eletrônica de varredura com canhão de emissão de campo (MEV-FEG, JSM-7500F; JEOL Ltd., Peabody, MA, EUA), com magnificações de 100 e 500x, operado com voltagem de aceleração de 2,0 kV, obtendo imagens em duplicata para cada amostra. As amostras foram preparadas com revestimento condutor de carbono previamente à análise.

Para analisar a fração de massa de cada elemento presente na superfície das mesmas amostras, a composição química elementar foi qualitativamente e semi-quantitativamente analisada pela técnica de espectroscopia por dispersão em energia de raios-X (Ultra Dry; Thermo Scientific; EUA), acoplada ao MEV-FEG, onde as mesmas amostras foram analisados com magnificação de 500x e aceleração de 10,0 kV. As análises foram realizadas em duplicata para cada amostra.

4.5.2 Microscopia confocal

A topografia e rugosidade de superfície (S_a) das amostras (n=5) de cada grupo experimental foram analisadas em microscópio confocal de varredura a laser 3D (LEXT OLS4100; Olympus, Tóquio, Japão), com lente de aumento de 5x (IMPLAPON5xLEXT, Olympus) e magnificação de 100x. A mensuração da rugosidade de superfície (S_a) foi realizada por meio do software LEXT (Olympus) e os valores obtidos em μm .

4.5.3 Difração de raios-X (DRX)

A distribuição de fases presente nas amostras ($n=2$) de cada grupo experimental foi determinada por meio de um difratômetro de raios-X (D8 Advance ECO; Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Alemanha) com ânodo de cobre (40 kV, 25 mA) e radiação “Cu-K α ” no intervalo de 20 a 80°, passo de 0,02° (2 θ), 0,3 s por ponto de varredura⁴². Foi realizado refinamento de Rietveld para quantificar as fases presentes na superfície da zircônia com o software Match!© v 3,0, (Crystal Impact, Bonn, Alemanha), tendo como referência de base de dados a COD-Inorg (Crystallography Open Database – Inorganic), para gerar um código e identificar as fases presentes.

4.6 Análise Estatística

Os resultados de resistência de união ao cisalhamento (MPa) e de rugosidade de superfície (Sa) foram avaliados quanto à normalidade e homocedasticidade, para se verificar a distribuição dos dados amostrais. Em seguida, foram empregados métodos estatísticos para avaliar a influência ou não das variáveis independentes sobre os dados de resistência de união ao cisalhamento e de rugosidade de superfície. As variáveis independentes foram tratamento de superfície, agente de cimentação e termociclagem para resistência de união e tratamento de superfície para rugosidade de superfície. As análises foram realizadas com auxílio do programa IBM SPSS Statistics versão 20 (IBM Corporation, Armonk, NY, EUA), com nível de significância de 5,0%.

Os dados de resistência de união não apresentaram aderência à curva de normalidade (Shapiro-Wilk; $p < 0,001$), nem proporcionaram homogeneidade de variâncias (Levene; $p < 0,05$), sendo aplicada a análise de variância não paramétrica de Kruskal-Wallis, seguida pelo pós teste de Dunn para comparações aos pares, com nível de significância de 5,0%. Os dados de rugosidade de superfície produziram distribuição normal (Shapiro-Wilk; $0,066 < p < 0,970$), mas não foram homocedásticos (Levene; $p < 0,021$). Dessa forma, aplicou-se análise de variância paramétrica a um critério (1-way ANOVA), seguida pelo teste C de Dunnett para comparações aos pares, também com nível de significância de 5,0%.

As imagens obtidas por meio do estereomicroscópio, para classificação das falhas, foram analisadas qualitativamente, assim como as obtidas para

caracterização de superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), energia dispersiva de raios-X (EDS) e microscopia confocal. Em complementação, O EDS forneceu uma análise semi-quantitativa dos elementos presentes na superfície das amostras. Os dados de transformação de fase por meio de difração de raios-X foram analisados qualitativa e quantitativamente (Refinamento de Rietveld).

5 RESULTADOS

5.1 Resistência de União

A análise de variância não paramétrica de Kruskal-Wallis apontou efeito significativo sobre a resistência de união dos grupos experimentais [$\chi^2(2) = 195,989$; $p < 0,001$]. Na Tabela 2, são apresentadas as medianas dos valores de resistência de união ao cisalhamento dos grupos nas diferentes condições experimentais, bem como as diferenças significativas apontadas pelo pós teste de Dunn.

Tabela 2 - Medianas dos valores de resistência de união ao cisalhamento, em MPa, das condições experimentais e diferenças significativas apontadas pelo pós teste de Dunn

	Condição experimental	Resistência de União	
24 h	<i>AS RXU200</i>	77,11	ABCD
	<i>AS RXUltimate</i>	82,21	ABCD
	<i>J RXU200</i>	148,86	DEF
	<i>J RXUltimate</i>	141,04	DEF
	<i>SBU RXU200</i>	107,79	BCDE
	<i>SBU RXUltimate</i>	104,25	ABCDE
	<i>JSBU RXU200</i>	209,86	F
	<i>JSBU RXUltimate</i>	206,79	F
Termociclados	<i>AS RXU200</i>	49,29	ABC
	<i>AS RXUltimate</i>	20,89	A
	<i>J RXU200</i>	82,64	ABCD
	<i>J RXUltimate</i>	128,86	CDEF
	<i>SBU RXU200</i>	44,93	ABC
	<i>SBU RXUltimate</i>	26,14	AB
	<i>JSBU RXU200</i>	180,11	EF
	<i>JSBU RXUltimate</i>	189,25	EF

Letras iguais indicam igualdade estatística entre os grupos experimentais ($p > 0,05$).

Fonte: Elaboração própria.

Na Tabela 2 verifica-se que dentro de cada condição experimental, independentemente do cimento utilizado, não houve efeito significativo da termociclagem sobre a resistência de união ($p > 0,05$). O jateamento, apesar de não ter propiciado aumento na resistência de união das amostras do período de 24h em

relação ao controle ($p>0,05$), foi eficaz em melhorar a resistência de união do material *RelyX Ultimate* em relação ao controle nas amostras submetidas à termociclagem ($p<0,05$). A aplicação do sistema adesivo universal não alterou ($p>0,05$) os resultados de resistência de união em relação ao controle, independentemente da condição experimental. A combinação de tratamentos com jateamento, seguido da aplicação do sistema adesivo universal (tratamento mecânico-químico), produziu aumento na resistência de união em relação aos grupos controle e tratado apenas com sistema adesivo ($p<0,05$). Após 24h de armazenagem, independentemente dos cimentos utilizados, não houve diferença estatisticamente significativa ($p>0,05$) entre o tratamento mecânico-químico em relação aos grupos tratados somente com jateamento. De maneira geral, após termociclagem os maiores valores de resistência de união foram produzidos pelos grupos que receberam tratamento mecânico-químico ($p<0,05$); com exceção das amostras jateadas cimentadas com *RelyX Ultimate*, que apresentaram valores iguais ($p>0,05$) aos grupos tratados com jateamento seguido de sistema adesivo universal. Após termociclagem, as amostras cimentadas com *RelyX U200* produziram maiores valores de resistência de união quando houve associação do jateamento e do adesivo universal; diferentemente do que recomenda o fabricante do material.

5.1.1 Classificação das falhas

Após os ensaios mecânicos de resistência ao cisalhamento, a superfície de todos os espécimes foi analisada em estereomicroscópio para classificação do tipo de falha. Na Tabela 3 encontra-se a quantidade de espécimes para cada tipo de falha observada (adesiva; predominantemente adesiva com pequenas áreas de falha coesiva do cimento; e mista). Em seguida, imagens representativas das falhas para cada condição experimental (Figura 9).

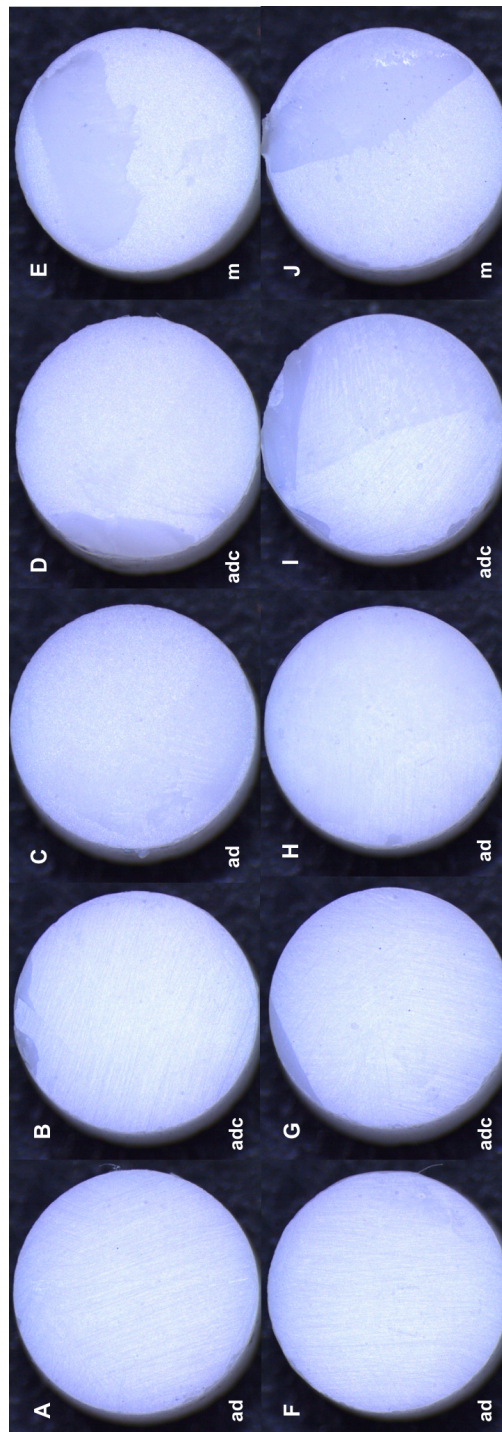
Tabela 3 - Quantidade de espécimes para cada tipo de falha observada após ensaio mecânico para todas as condições experimentais

Condições Experimentais (n=20)			Tipos de Falhas		
			Adesiva	Adesiva + Coesiva do Cimento*	Mista
AS	<i>RXU200</i>	24h	18	2 ($\cong 5\%$)	0
		10.000 TC	20	0	0
	<i>RXUltimate</i>	24h	20	0	0
		10.000 TC	20	0	0
J	<i>RXU200</i>	24h	15	5 ($\cong 5\%$)	0
		10.000 TC	15	4 ($\cong 15\%$)	1
	<i>RXUltimate</i>	24h	15	5 ($\cong 10\%$)	0
		10.000 TC	19	1 ($\cong 2\%$)	0
SBU	<i>RXU200</i>	24h	18	2 ($\cong 10\%$)	0
		10.000 TC	20	0	0
	<i>RXUltimate</i>	24h	18	2 ($\cong 5\%$)	0
		10.000 TC	18	2 ($\cong 5\%$)	0
JSBU	<i>RXU200</i>	24h	19	1 ($\cong 10\%$)	0
		10.000 TC	13	4 ($\cong 10\%$)	3
	<i>RXUltimate</i>	24h	19	1 ($\cong 5\%$)	0
		10.000 TC	12	6 ($\cong 15\%$)	2

*Porcentagem aproximada ($\cong$) da área de falha coesiva do cimento na superfície do espécime com falha predominantemente adesiva.

Fonte: Elaboração própria.

Figura 9 – Espécimes representativos para cada tipo de falha encontrada em cada grupo experimental



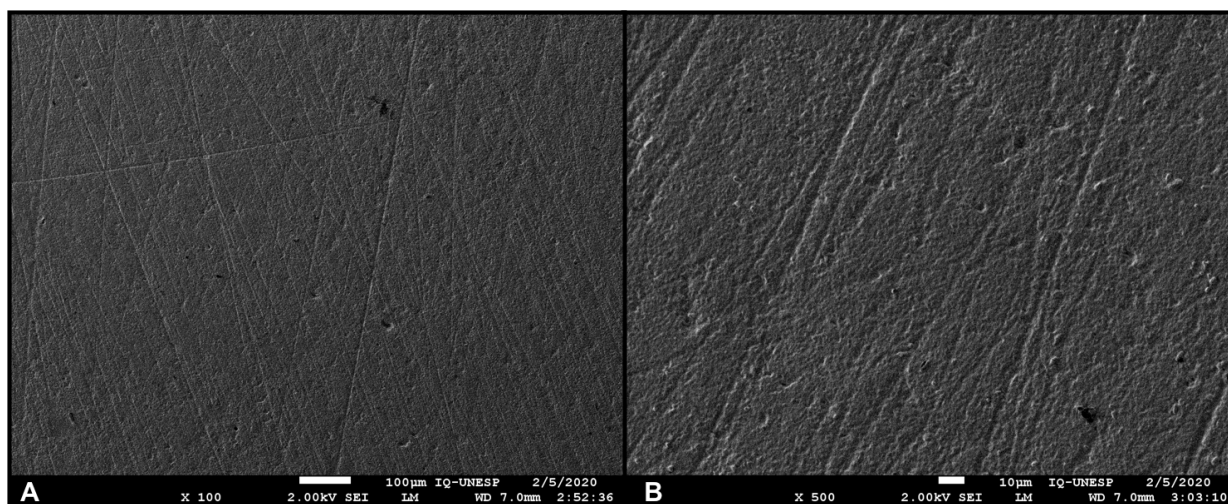
Sendo, (ad) para falha do tipo adesiva, (adc) para falha predominantemente adesiva com pequenas áreas com falha coesiva do cimento, e (m) para falha mista. A e B: Grupo AS; C, D e E: Grupo J; F e G: Grupo SBU; H, I e J: Grupo JSBU.

Fonte: Elaboração própria.

5.2 Caracterização de Superfície

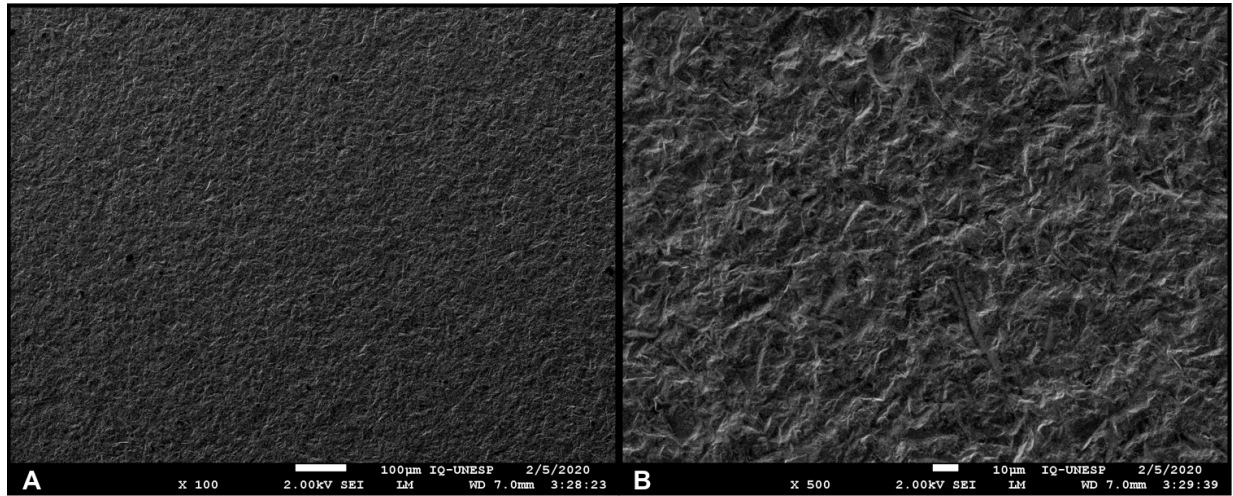
A partir das análises por microscopia eletrônica de varredura após os tratamentos de superfície em cada condição experimental, pode-se observar no grupo controle (AS) a presença de sulcos oriundos do polimento da superfície da zircônia pré-sinterizada (Figura 10). No grupo onde as amostras foram submetidas ao jateamento com óxido de alumínio (J) houve mudança na topografia, observando a formação de vales e depressões (Figura 11), compatíveis com aumento da rugosidade de superfície e remoção dos sulcos oriundos do polimento. Para o grupo submetido à aplicação do sistema adesivo universal (SBU) nota-se a presença de áreas com maior concentração de adesivo, uma área mais elevada formando uma película, e áreas com menor concentração, sendo possível observar a superfície da zircônia (Figura 12). No grupo onde realizou-se a combinação de tratamentos, jateamento com óxido de alumínio e aplicação do sistema adesivo universal (JSBU), pode-se observar áreas com diferentes concentrações de adesivo, variando a espessura da película, e áreas semelhantes as encontradas no grupo jateado (Figura 13).

Figura 10 - Imagem de MEV-FEG representativa da superfície das amostras do grupo controle (AS), com magnificação de 100x (A) e 500x (B)



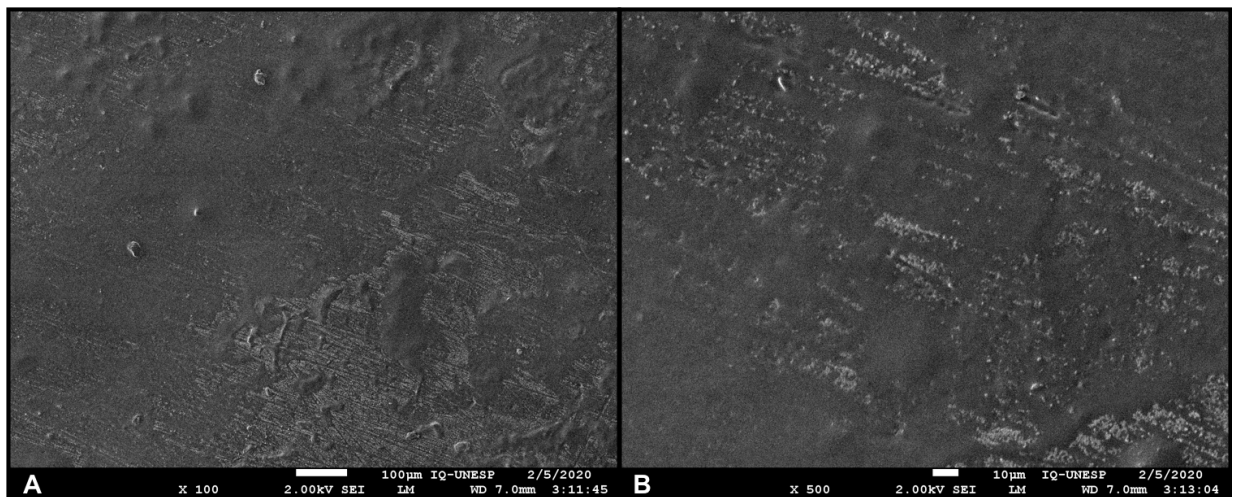
Fonte: Elaboração própria.

Figura 11 - Imagem de MEV-FEG representativa da superfície das amostras do grupo submetido ao jateamento com óxido de alumínio (J), com magnificação de 100x (A) e 500x (B)



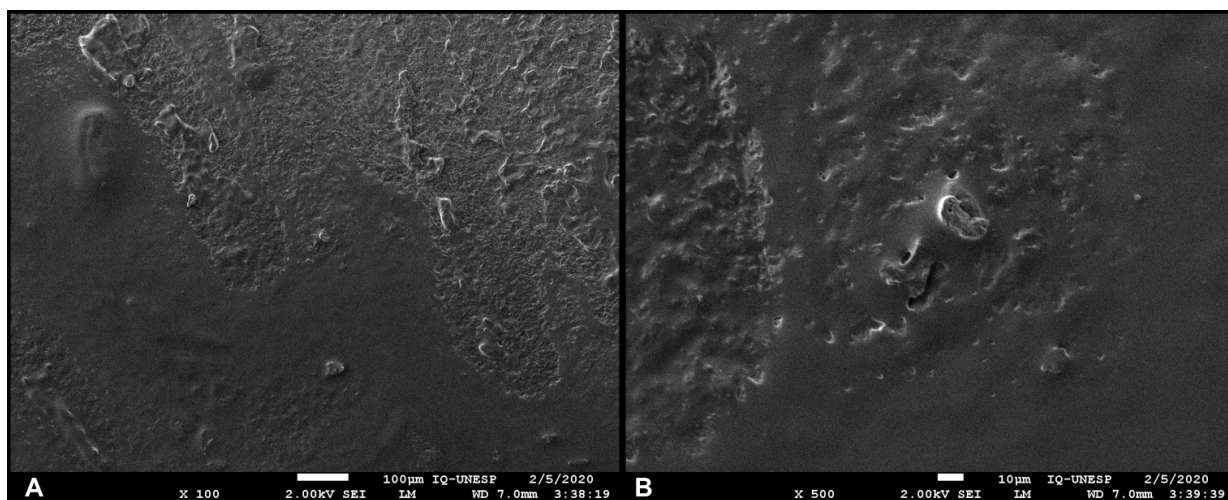
Fonte: Elaboração própria.

Figura 12 - Imagem de MEV-FEG representativa da superfície das amostras do grupo submetido à aplicação do sistema adesivo universal (SBU), com magnificação de 100x (A) e 500x (B)



Fonte: Elaboração própria.

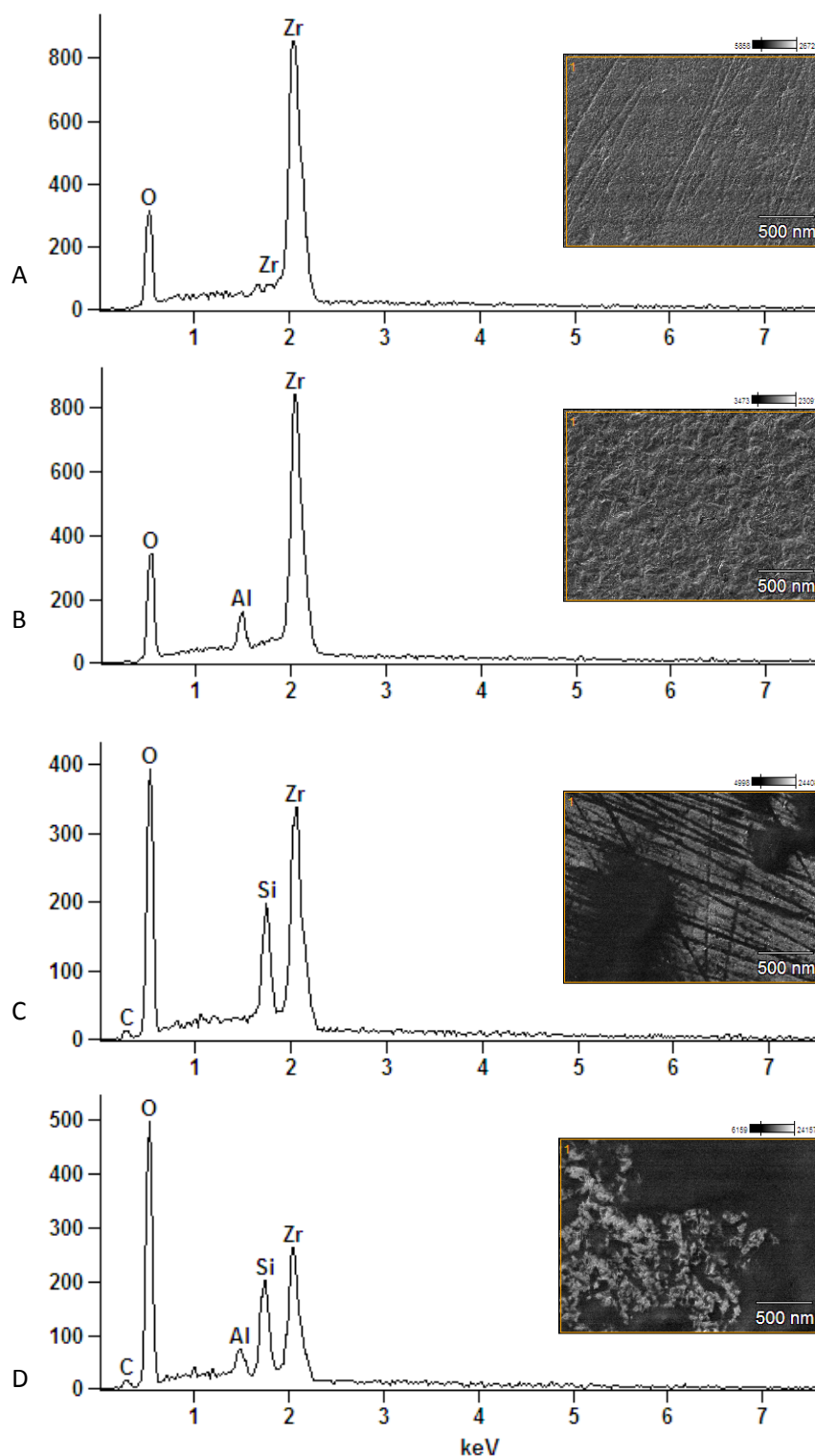
Figura 13 - Imagem de MEV-FEG representativa da superfície das amostras do grupo submetido ao jateamento com óxido de alumínio e aplicação do sistema adesivo universal (JSBU), com magnificação de 100x (A) e 500x (B)



Fonte: Elaboração própria.

Por meio da análise de espectroscopia dispersiva de energia por raios-X (DRX), pode-se observar os elementos químicos presentes na superfície das amostras após os diferentes tratamentos de superfície. Os elementos encontrados estão dispostos em gráfico, para cada grupo experimental, na Figura 14. Com esse método foi possível obter uma análise semi-quantitativa (massa %) dos elementos presentes na mesma superfície (Tabela 4).

Figura 14 - Análise química qualitativa da superfície das amostras para cada condição experimental por meio de espectroscopia dispersiva de energia de raios-X



A: Grupo AS; B: Grupo J; C: Grupo SBU; e D: Grupo JSBU.

Fonte: Elaboração própria.

Tabela 4 - Análise química semi-quantitativa dos componentes químicos encontrados na superfície das amostras após tratamento de superfície, em massa (%), obtida por meio de espectroscopia dispersiva de energia (EDS)

Grupo Experimental	C	O	Al	Si	Zr
AS	-	22,66	-	-	77,34
J	0,05	26,09	2,67	-	71,21
SBU	0,66	37,07	-	6,80	55,56
JSBU	1,08	43,03	3,11	9,68	43,18

Fonte: Elaboração própria.

A microscopia confocal de varredura a laser 3D nos forneceu a mensuração (μm) da rugosidade de superfície (S_a) das amostras após os tratamentos de superfície. A análise de variância a um critério apontou efeito significativo dos tratamentos de superfície sobre a rugosidade das amostras *Y-TZP* ($p < 0,001$). Na Tabela 5, são apresentadas as médias e desvios-padrão dos valores de rugosidade de superfície dos diferentes tratamentos, bem como as diferenças significativas apontadas pelo pós teste de Dunnett.

Tabela 5 - Médias e desvios-padrão ($\pm$) dos valores de rugosidade de superfície (S_a) para os diferentes tratamentos de superfície e diferenças significativas apontadas pelo pós teste de Dunnett

Tratamento de Superfície	Rugosidade de Superfície
<i>Controle (AS)</i>	3,47 (1,48) A
<i>Jateado (Al_2O_3 50 μm) (J)</i>	3,12 (0,32) A
<i>Single Bond Universal (SBU)</i>	7,96 (1,87) B
<i>Jateado + Adesivo (JSBU)</i>	8,12 (1,48) B

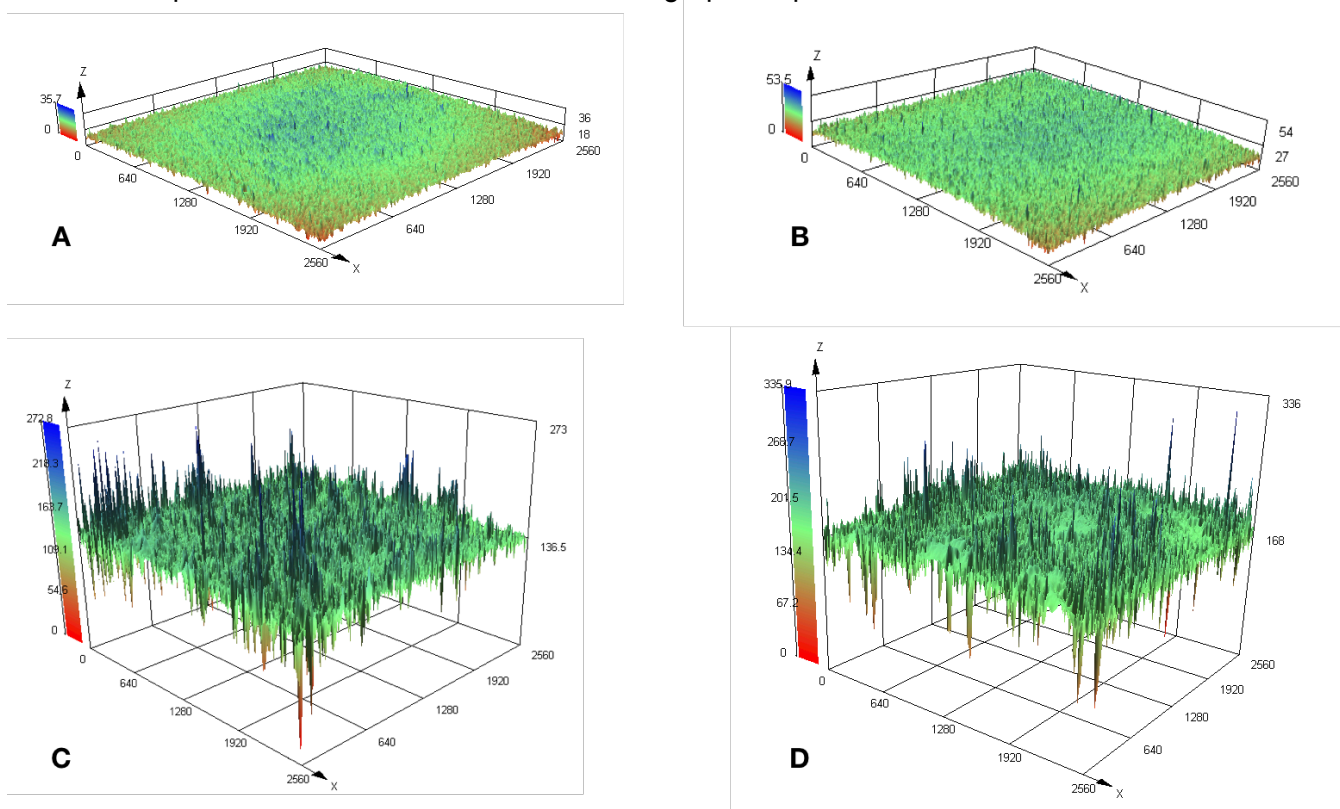
Letras iguais indicam igualdade estatística entre os grupos experimentais ($p > 0,05$).

Fonte: Elaboração própria.

Na Tabela 5 verifica-se que o jateamento produziu rugosidade de superfície estatisticamente semelhante ao grupo controle ($p = 0,980$) e inferior aos demais tratamentos ($p < 0,001$). As superfícies tratadas com o adesivo universal e com a

combinação de jateamento seguido da aplicação de adesivo universal produziram os maiores valores de rugosidade ($p < 0,001$). Em seguida, observam-se imagens topográficas tridimensionais representativas para cada grupo experimental (Figura 15), onde pode-se verificar a semelhança entre os grupos *AS* e *J*, e *SBU* e *JSBU*, equivalente ao apresentado na Tabela 5.

Figura 15 – Imagens tridimensionais (μm) da topografia de superfície obtidas com microscopia confocal de varredura a laser dos grupos experimentais



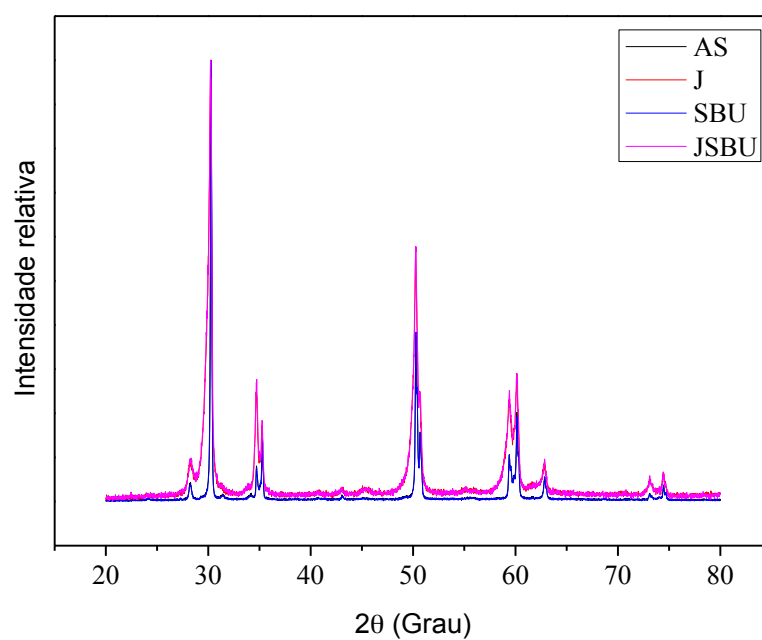
A: Grupo *AS*; B: Grupo *J*; C: Grupo *SBU*; e D: Grupo *JSBU*.

Fonte: Elaboração própria.

A partir da difração de raios-X (DRX) obteve-se informações sobre a transformação de fase do material analisado após os tratamentos de superfície (Figura 16). Pode-se observar que apenas a intensidade dos picos se altera em relação aos grupos analisados. Em seguida, encontra-se a imagem da análise individual para cada grupo experimental (Figura 17). Foi realizado o refinamento de Rietveld e a quantificação de cada fase cristalina presente na superfície das

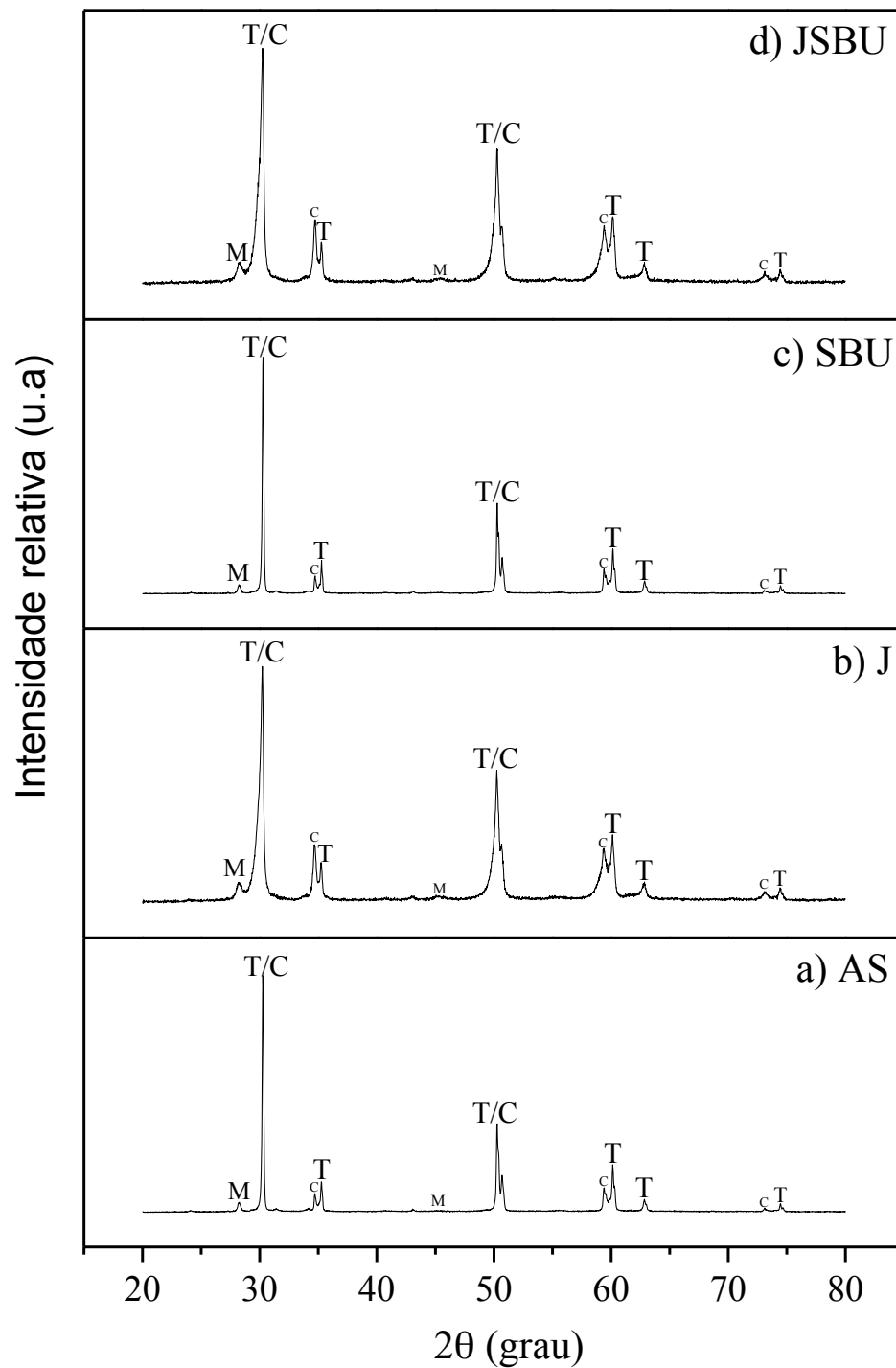
amostras (Tabela 6). As fases foram identificadas pelo software Match! (Versão 3.0, Crystal Impact, Alemanha) em fase tetragonal, monoclínica e cúbica, através dos códigos 96-152-1475⁶⁶, 96-152-2144⁶⁷ e 96-210-1235⁶⁸, respectivamente.

Figura 16 - Análise da superfície das amostras de cada grupo experimental obtida por meio de difração de raios-X



Fonte: Elaboração própria.

Figura 17 - Difração de raios-X das amostras para cada grupo experimental, individualmente, com a identificação dos picos



Fases cristalinas identificadas – T: tetragonal; M: Monoclínica; C: cúbica.

Fonte: Elaboração própria.

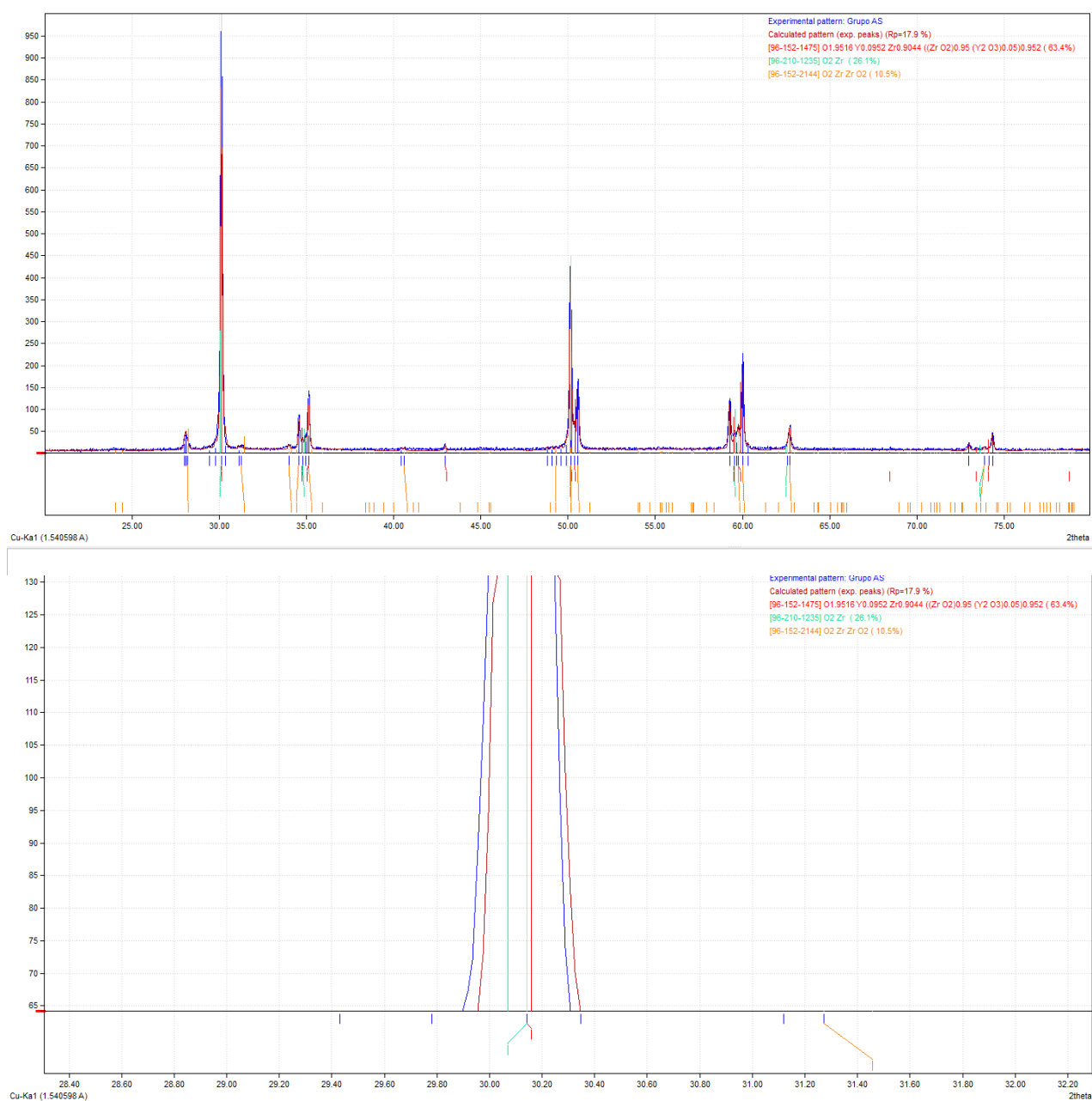
Tabela 6 - Análise de refinamento Rietveld dos grupo experimentais com a quantificação (%) das fases cristalinas encontradas após os tratamentos de superfície

Grupo experimental	Fase tetragonal⁶⁶	Fase monoclínica⁶⁷	Fase cúbica⁶⁸
AS	63,0	10,0	26,0
J	58,0	11,8	30,0
SBU	56,8	14,7	28,5
JSBU	52,0	13,6	34,5

Fonte: Elaboração própria.

No gráfico obtido após o refinamento de Rietveld (Figura 18) observa-se a presença de mais de uma fase no mesmo pico. Para detalhar e comprovar se realmente havia mais fases em um mesmo pico, realizou-se a deconvolução. Para isso, foi utilizado o método da Gaussiana (Figura 19), por meio do *software* Origin 9 (OriginLab Corporation, Northampton, Massachusetts, Estados Unidos), indicando que no pico principal (101), localizado em $30,25^\circ$, havia a sobreposição de dois picos que, de acordo com a literatura^{59,69,70}, sua presença sugere as fases tetragonal e cúbica, as quais foram comprovadas pela análise de Rietveld (Tabela 6). A deconvolução foi realizada para todas as condições experimentais, tendo o mesmo comportamento para todos os grupos.

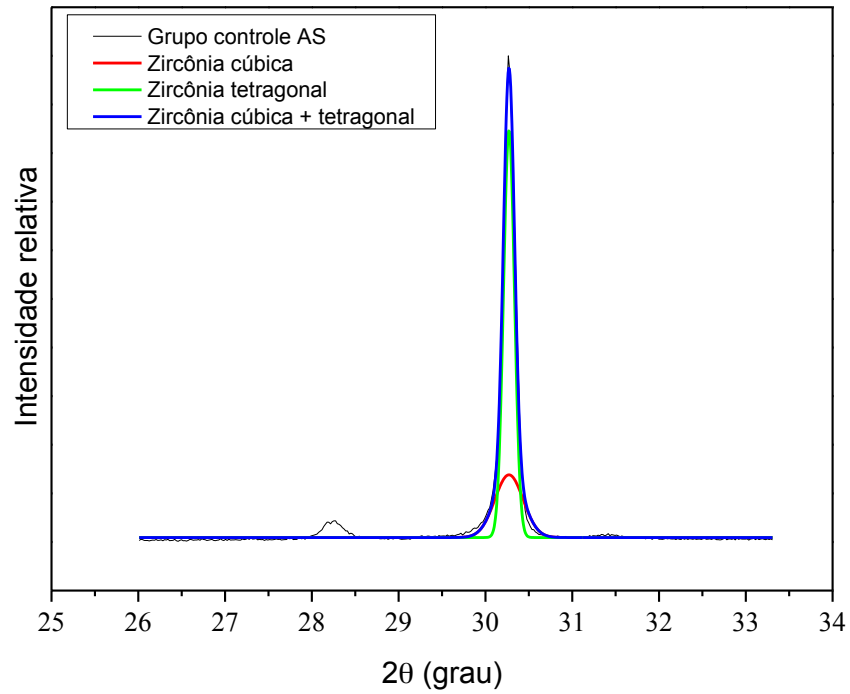
Figura 18 - Imagem representativa do refinamento de Ritveld



A) visão geral do gráfico; B) visão ampliada do primeiro pico do gráfico.

Fonte: Elaboração própria.

Figura 19 - Difração de raios-X (DRX) representativa da deconvolução das fases cúbica e tetragonal em um mesmo pico



Fonte: Elaboração própria.

6 DISCUSSÃO

Este estudo *in vitro* rejeitou parcialmente a hipótese nula de que os tratamentos de superfície e a termociclagem não influenciariam a resistência de união ao cisalhamento entre uma zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) e cimentos resinosos convencional ou autoadesivo. Adicionalmente, realizou-se a caracterização de superfície dos grupos experimentais após os tratamentos de superfície para analisar seu efeito sobre a superfície e complementar as inferências realizadas com base nos resultados quantitativos de resistência de união e rugosidade de superfície.

O grupo submetido à combinação de tratamentos, jateamento com óxido de alumínio e aplicação do adesivo *Single Bond Universal*, se diferenciou estatisticamente dos demais grupos experimentais. Nos grupos onde houve apenas um tipo de tratamento de superfície não foram observadas diferenças estatisticamente significantes. Esse achado corrobora a ideia de que um único método de tratamento de superfície, seja ele químico ou mecânico, geralmente promove adesão aquém da necessária^{25,27,50,57}. Assim, a combinação de métodos químicos e mecânicos parece inevitável para o aumento na resistência de união entre os cimentos resinosos e a zircônia⁵⁷. Observando os valores absolutos de resistência de união para cada condição experimental, nota-se que a resistência aumenta na ordem $AS > SBU > J > JSBU$, sendo o maior valor de resistência obtido no grupo onde houve mais de um tratamento de superfície, independente do cimento utilizado e da condição de envelhecimento. Apesar de os resultados entre os grupos controle (AS), sem tratamento de superfície, e aquele tratado apenas com sistema adesivo universal (SBU) não terem apresentado diferença estatística, os mesmos apresentaram menores valores absolutos de adesão. Esses resultados corroboram os achados de autores^{25,27,50} que verificaram que a adesão somente por meios químicos, como a aplicação do adesivo *Single Bond Universal*, pode ser aquém da almejada. Özcan et al.⁷¹ verificaram que a adesão entre a zircônia e cimentos resinosos foi influenciada pelo método de tratamento de superfície, tipo de cimento, teste utilizado e condição de envelhecimento. Entre os resultados produzidos, uma maior adesão foi obtida após o tratamento físico-químico (jateamento com partículas

de óxido de alumínio de 50 µm ou de alumina revestida por sílica de 110 µm e agentes de união) da superfície da zircônia⁷¹.

O jateamento da superfície da Y-TZP com partículas de óxido de alumínio de 50 µm é recomendado⁷² e considerado benéfico para a resistência de união ao cisalhamento^{9,26,57}, promovendo maiores valores de resistência de união^{24-26,71,73}. O jateamento aumenta a rugosidade e modifica a energia de superfície da zircônia, favorecendo seu molhamento pelo agente de união^{29,37-39}. A partir da análise da rugosidade de superfície (Sa), os grupos *SBU* e *JSBU* foram diferentes estatisticamente dos grupos *AS* e *J*, provavelmente devido à presença da película de adesivo aplicada sobre a superfície da zircônia e não foi observada diferença estatística entre o grupo controle (*AS*), sem tratamento de superfície, e o grupo somente jateado (*J*), o que comprovaria que o jateamento com partículas de 50 µm não é considerado agressivo a ponto de comprometer a resistência mecânica da zircônia. Pode-se observar, pelas imagens obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura, apenas uma mudança na topografia de superfície entre os grupos controle e jateado, porém sem interferir na resistência de união dos mesmos. No entanto, quando analisado o grupo onde houve a combinação de tratamentos de superfície, jateamento e aplicação do adesivo universal (*JSBU*), encontrou-se diferença estatisticamente significativa, havendo maior resistência de união. Esse achado corrobora o resultado encontrado por outros autores^{57,74,75}, que mostraram que o jateamento com óxido de alumínio aumentou os valores de resistência de união dos cimentos resinosos autoadesivos contendo MDP, promovendo ligação forte e confiável a longo prazo. O jateamento promove um depósito de alumina na superfície da zircônia, ocorrendo uma reação entre o silano²⁹ presente no adesivo e, quando realizado previamente ao uso de um agente contendo MDP, como o *Single Bond Universal*, seguido de um cimento resinoso contendo metacrilato de ácido fosfórico, proporcionam forte ligação, como a ligação de Van der Waals ou pontes de hidrogênio, aumentando a resistência de união^{57,61,75}; o que reforça os resultados obtidos para o grupo *JSBU*.

A análise realizada por meio de espectroscopia de energia dispersiva por raios-X demonstrou que os tratamentos de superfície promoveram alterações na composição elementar da Y-TZP, mostrando diminuição no conteúdo de Zr a partir do aparecimento de Al, O e/ou Si, assim como observado no estudo de Tostes et

al.⁵⁹, que justifica que a energia cinética do jateamento de partículas é liberada em forma de energia térmica, causando uma fusão da superfície da zircônia, o que pode levar à inclusão dessas partículas na superfície. A análise semi-quantitativa demonstrou que no grupo *JSBU*, onde houve a combinação de tratamentos, a quantidade de silício foi maior do que no grupo *SBU*, onde houve apenas a aplicação de adesivo. Este achado pode ser justificado devido ao aumento da energia de superfície promovida pelo jateamento, favorecendo o molhamento da superfície pelo adesivo³⁷⁻³⁹. O aumento da rugosidade de superfície observado no presente estudo para grupo *JSBU* afeta positivamente a adesão entre a zircônia e cimentos resinosos, uma vez que o mesmo remove a camada rica em contaminantes orgânicos, que reduzem o molhamento do material, o que favorece a interação entre a zircônia e os agentes de união, tornando o método mais eficaz⁵⁹. Outro fator relacionado ao jateamento é o aumento da área de superfície, com a produção de vales profundos, observados na imagem obtida por MEV (Figura 10), havendo mais locais disponíveis para o imbricamento e retenção do cimento resinoso⁵⁹.

Não observou-se diferença entre os cimentos resinosos empregados, convencional (*RXUltimate*) ou autoadesivo (*RXU200*). Ambos apresentam baixa viscosidade, fazendo com que fluam mais facilmente na superfície⁹ e foram utilizados em uma mesma proporção, seguindo um protocolo de cimentação e promovendo padronização nesse momento. Em relação à sua composição, encontramos diferenças. O cimento convencional *RXUltimate* não possui monômeros ácidos com potencial de união à zircônia, diferente do que ocorre com o cimento autoadesivo *RXU200*. *RXUltimate* foi desenvolvido para se copolimerizar com o adesivo universal de frasco único *Single Bond Universal*, que contém MDP em sua composição. Esse fato pode ter contribuído para a ligação química à superfície da zircônia, melhorando o molhamento e o imbricamento micromecânico dos cimentos. A condição experimental na qual foi realizado o jateamento com óxido de alumínio e utilizado o cimento *RXUltimate*, após a termociclagem, apresentou melhor adesão, provavelmente pelo fato dos materiais, cimento e adesivo (*Single Bond Universal*) se copolimerizarem, aumentando a ligação entre eles. Grupamentos metacrilatos derivados do ácido fosfórico presentes na composição dos cimentos autoadesivos, como o *RXU200*, possuem afinidade química aos grupamentos

hidroxila presentes no óxido de zircônio⁷⁶. O monômero ácido éster fosfatado 10-metacrililoiloxidecil dihidrogênio fosfato (10-MDP) tem sido amplamente estudado^{28,34-36,57} e utilizado com os grupamentos de hidroxila presentes no óxido de zircônio^{50,57,77}, para melhorar a resistência de união entre a zircônia e compósitos resinosos. Apesar de De Oyague et al.⁴⁹ demonstrarem que cimentos resinosos adesivos podem dispensar a utilização de métodos de tratamento de superfície, foi verificado que a adesão química unicamente produz resultados menores de resistência de união^{25,27,50}, o que também podemos observar no presente estudo. Como alternativa para promover uma melhor adesão à zircônia, sistemas adesivos que contenham MDP e MPS (silano)⁷⁸, como encontrado no adesivo universal utilizado nesta pesquisa (*Single Bond Universal*), têm sido utilizados. Além do potencial do MDP, o molhamento proporcionado pelo adesivo na superfície jateada provavelmente contribuiu para valores de adesão maiores no grupo *JSBU*, onde houve associação de métodos de tratamento de superfície.

Armazenar os espécimes em água ou submetê-los à termociclagem são métodos de envelhecimento comumente utilizados para simular as condições da cavidade bucal e que podem afetar a união da materiais resinosos à cerâmicas^{54,79}. Aurélio et al.³⁷ demonstraram em revisão sistemática que o envelhecimento é importante na estimativa a longo prazo das restaurações de zircônia. Noda et al.⁵⁸ observaram que o envelhecimento por meio de termociclagem (10,000 ciclos) reduziu a resistência de união entre a zircônia e o cimento resinoso independente do agente de união utilizado. Esse resultado vai contra ao obtido no presente estudo, onde não foi encontrada diferença estatística entre os resultados após 24 h e termociclagem. O resultado do presente estudo também difere do achado por Kansal et al.⁶⁰, em que foram utilizados os mesmos cimentos *RXU200* e *RXUltimate*, e a termociclagem interferiu diminuindo a resistência de união à zircônia. Vale ressaltar que os discos de zircônia foram cimentados a dentes recém extraídos, diferentemente desse estudo que utilizou discos de resina composta para cimentação à zircônia. No entanto, quando observado os valores absolutos da resistência de união para os grupos experimentais, nota-se que após a termociclagem houve diminuição nos valores de resistência, apesar de não ter apresentado diferença significativa na inferência realizada. Esse fato pode possuir relação com a análise não paramétrica a um critério empregada no presente estudo,

devido às condições de não homocedasticidade e aderência à curva de normalidade, a qual apresenta menor poder de detecção de efeitos. Os autores⁵⁸ justificaram a redução na resistência de união na susceptibilidade da interface cimento resinoso/cerâmica sofrer degradação hidrolítica devido à presença de HEMA e água na composição dos agentes de união.

Como análise complementar, foi realizada a caracterização de superfície das amostras após os tratamentos de superfície para embasar os resultados quantitativos produzidos no presente estudo. Dentre as análises, a difração de raios-X proporcionou informações sobre as fases cristalinas presentes na superfície de cada grupo experimental. Martins et al.¹⁰ relataram que a transformação do conteúdo de fase monoclinica aumenta com o aumento do tamanho da partícula jateada. Para não haver grande transformação de fase tetragonal para monoclinica, Barreto et al.⁴³ recomendam o jateamento com partículas de até 50 μm , promovendo rugosidade de superfície para favorecer a adesão à zircônia, além de proporcionar ligeira mudança de volume dos grãos para evitar danos à superfície por meio do efeito protetivo da camada de tensão compressiva^{38,43}, sendo mais uma justificativa para os resultados encontrados no presente estudo, apesar de o mesmo não ter analisado a resistência mecânica da zircônia em relação às fases cristalinas. Pode-se observar que os tratamentos de superfície aumentaram a quantidade de fase monoclinica em relação ao controle. Esses resultados corroboram os achados de Moon et al.⁹. Ações mecânicas e térmicas podem levar a uma transformação progressiva de fase tetragonal para monoclinica⁴². Segundo Tostes et al.⁵⁹, a intensidade do pico da fase monoclinica aumenta de acordo com o tamanho da partícula de óxido de alumínio jateada, ocorrendo distorções permanentes da estrutura cristalina induzidas pela ação mecânica produzida pelo impacto das partículas. Os autores⁵⁹ também observaram transformação para fase cúbica após os tratamentos de superfície, assim como no presente estudo, justificando que o tipo de transformação está relacionado ao tipo de tensão presente, sendo transformação de fase tetragonal para monoclinica na presença de tensão de tração e cisalhamento e transformação para fase cúbica na presença de tensão compressiva. O jateamento produz mais tensão compressiva, assim espera-se que a fase cúbica possa ser maior do que a fase monoclinica após o jateamento. Pode-se observar no presente estudo, um aumento na intensidade do pico da fase monoclinica e presença da fase cúbica nos

grupos onde houve o jateamento da superfície, provavelmente relacionado a geração de tensão compressiva pelo aumento volumétrico dos grãos (3 a 4%) proporcionado pelo jateamento de partículas de óxido de alumínio, o que corrobora os achados pelos autores^{9,43,59}.

O presente estudo mostrou um efeito significativo da combinação de tratamentos de superfície na obtenção de resistência de união entre a *Y-TZP* e cimentos resinosos, ambos materiais muito utilizados na prática clínica contemporânea. Novos estudos devem ser realizados comparando os tratamentos de superfície na resistência de união e mecânica de espécimes com formato anatômico, devido a sua aproximação com condições bucais clínicas às quais os materiais são constantemente submetidos, visando o aumento da significância na prática clínica dos resultados obtidos e a busca de novos resultados que promovam aumento na resistência de união à zircônia, uma vez que esse ainda é um desafio presente.

7 CONCLUSÕES

Com base na metodologia empregada e nas limitações do estudo pode-se concluir que:

- ✓ A resistência de união ao cisalhamento entre a *Y-TZP* e cimentos resinosos é aumentada quando há a combinação de métodos, mecânico e químico, de tratamentos de superfície;
- ✓ O tipo de cimento resinoso utilizado, convencional ou autoadesivo, e o envelhecimento por meio da termociclagem não influenciaram a resistência de união;
- ✓ A combinação de métodos de tratamentos de superfície promove aumento na rugosidade de superfície da zircônia;
- ✓ As análises de caracterização de superfície mostraram que houve transformação de fase cristalina independente do tratamento de superfície, mudança na rugosidade de superfície e alteração na composição elementar da superfície da zircônia.

REFERÊNCIAS*

- 1- 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.* 2004; 20(5): 449-56.
- 2- Xie H, Li Q, Zhang F, Lu Y, Tay FR, Qian M, Chen C. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent Mater.* 2016 Jan 2. pii: S0109-5641(15)00517-5. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.014. Epub ahead of print.
- 3- Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(5): 389-404.
- 4- Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 299-307.
- 5- Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 289-98.
- 6- Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007; 35(11): 819-26.
- 7- Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999; 20(1): 1-25.
- 8- Vicente M, Gomes AL, Montero J, Rosel E, Seoane V, Albaladejo A. Influence of cyclic loading on the adhesive effectiveness of resin-zirconia interface after femtosecond laser irradiation and conventional surface treatments. *Lasers Surg Med.* 2016; 48(1): 36-44.
- 9- Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater.* 2011; 27(7): 651-63.
- 10- Martins SB, Trindade FZ, Góes MS, Adabo GL, Dovigo LN, Fonseca RG. Does airborne-particle abrasion before, rather than after, zirconia sintering lead to higher mechanical strength even under aging challenge? *J Prosthet Dent.* 2020; 123(1): 155-62.
- 11- Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009; 34(3): 280-7.
- 12- Ikemura K, Endo T, Kadoma Y. A review of the developments of multi-purpose primers and adhesives comprising novel dithiooctanoate monomers and phosphonic acid monomers. *Dent Mater J.* 2012; 31(1):1-25.
- 13- Kim JH, Chae S, Lee Y, Han GJ, Cho BH. Comparison of shear test methods for evaluating the bond strength of resin cement to zirconia ceramic. *Acta Odontol Scand.* 2014; 72(8): 745-52.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

- 14- Attia A, Kern M. Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. *J Prosthet Dent.* 2011; 106(5): 319-27.
- 15- Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont.* 2000; 13(2): 131-5.
- 16- Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont.* 2007; 20(1): 70-2.
- 17- Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent.* 2000; 2(2): 139-47.
- 18- Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res.* 2007; 21(1): 10-5.
- 19- Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006; 95(6): 430-6.
- 20- Dias De Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on Microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent.* 2011; 105(5): 296-303.
- 21- Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006; 22(2): 195-200.
- 22- Ural Ç, Külünk T, Külünk Ş, Kurt M. The effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and resin cement. *Acta Odontol Scand.* 2010; 68(6): 354-9.
- 23- Peutzfeldt A, Sahafi A, Flury S. Bonding of restorative materials to dentin with various luting agents. *Oper Dent.* 2011; 36(3): 266-73.
- 24- Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2010; 103(4): 210-20.
- 25- Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent.* 2014; 42(1): 90-8.
- 26- Borges GA, Spohr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(5): 479-88.
- 27- Bömicke W, Schürz A, Krisam J, Rammelsberg P, Rues S. Durability of Resin-Zirconia Bonds Produced Using Methods Available in Dental Practice. *J Adhes Dent.* 2016; 18(1): 17-27.
- 28- Magne P, Paranhos MPG, Burnet Jr LH. New zirconia improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater.* 2010; 26(4): 345-52.
- 29- Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent.* 2015; 113(3): 212-9.

- 30- Spohr AM, Borges GA, Júnior LH, Mota EG, Oshima HM. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd:YAG laser, Rocatec system, or aluminium oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomed Laser Surg.* 2008; 26(3): 203-8.
- 31- Casucci A, Osorio E, Osoria R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari M. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent.* 2009; 37(11): 891-7.
- 32- Casucci A, Goracci C, Chieffi N, Monticelli F, Giovannetti A, Juloski J, Ferrari M. Microtensile bond strength evaluation of self-adhesive resin cement to zirconia ceramic after different pre-treatments. *Am J Dent.* 2012; 25(5): 269-75.
- 33- Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(5): 379-88.
- 34- Al-Harbi FA, Ayad NM, Khan ZA, Mahrous AA, Morgano SM. In vitro shear bond strength of Y-TZP ceramics to different core materials with the use of three primer/resin cement systems. *J Prosthet Dent.* 2016; 115(1): 84-9.
- 35- Friederich R, Kern M. Resin bonding strength to densely sintered alumina ceramic. *Int J Prosthodont.* 2002; 15(4): 333-8.
- 36- Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2010; 26(5): 4426-32.
- 37- Aurélio IL, Marchionatti AM, Montagner AF, May LG, Soares FZ. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater.* 2016; 32(6): 827-45.
- 38- Martins SB, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Influence of Particle and Air-Abrasion Moment on Y-TZP Surface Characterization and Bond Strength. *J Prosthodont.* 2019; 28(1): 271-8.
- 39- Farhan FA, Sulaiman E, Kutty MG. Effect of new zircônia surface coatings on the surface properties and bonding strength of veneering zircônia substrate. *Surf and Coat Tech.* 2018; 333(1): 247-58.
- 40- Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res.* 2009; 88(9): 817-22.
- 41- Re D, Augusti D, Augusti G, Giovannetti A. Early bond strength to low pressure sandblasted zirconia: Evaluation of a self-adhesive cement. *Eur J Esthet Dent.* 2012; 7(2): 164-75.
- 42- Polli GS, Hatanaka GR, Abi-Rached FO, Góes MS, Reis JMDSN. Fatigue behavior and surface characterization of a Y-TZP after laboratory grinding and regeneration firing. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 88: 305-12.
- 43- Barreto SC, Lima RBW, Aguiar FHB, Santos CTD, Paulillo LAMS, de Souza GMD. Mechanical properties of aged yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal after abrasion with different aluminum oxide particles. *J Prosthet Dent.* 2020; doi:10.1016/j.prosdent.2019.10.027. Online ahead of print.
- 44- Ahn JS, Yi YA, Lee Y, Seo DG. Shear Bond Strength of MDP-Containing Self-Adhesive Resin Cement and Y-TZP Ceramics: Effect of Phosphate Monomer-

- Containing Primers. *Biomed Res Int.* 2015; 2015:389234. doi: 10.1155/2015/389234. Epub 2015 Oct 11.
- 45- Akay C, Çakırbay Tanış M, Şen M. Effects of Hot Chemical Etching and 10-Metacryloxydecyl Dihydrogen Phosphate (MDP) Monomer on the Bond Strength of Zirconia Ceramics to Resin-Based Cements. *J Prosthodont.* 2017; 26(5): 419-23.
 - 46- Burgess JO, Ghuman T, Cakir D. Self-Adhesive resin cement. *J Esthet Restor Dent.* 2010; 22(6): 412-9.
 - 47- Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyakazi T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res.* 2008; 87(7): 666-70.
 - 48- 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; 23(1): 45-50.
 - 49- De Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater.* 2009; 25(2): 172-9.
 - 50- Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater.* 2010; 26(1): 44-50.
 - 51- Begazo CC, de Boer HD, Kleverlaan CJ, van Wass MA, Feilzer AJ. Shear bond strength of different types of luting cements to an aluminium oxide-reinforced glass ceramic core material. *Dent Mater.* 2004; 20(10): 901-7.
 - 52- Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sinterezed zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater.* 2009; 25(3): 392-9.
 - 53- Passos SP, May LG, Barca DC, Ozcan M, Botino MA, Valarandro LF. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. *Oper Dent.* 2010; 35(6): 689-96.
 - 54- Russo DS, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J (Basel).* 2019; 7(3):74.
 - 55- Takamizawa T et al. Influence of frequency on shear fatigue strength of resin composite to enamel bonds using self-etch adhesives. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 62:291-8.
 - 56- Chen B, Yang L, Lu Z, Meng H, Wu X, Chen C, Xie H. Shear bond strength of zirconia to resin: The effects of specimen preparation and loading procedure. *J Adv Prosthodont.* 2019; 11(6): 313-23.
 - 57- Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig.* 2010; 14(2): 187-92.
 - 58- Noda Y, Nakajima M, Takahashi M, Mamanee T, Hosaka K, Takagaki T et al. The effect of five kinds of surface treatment agents on the bond strength to various ceramics with thermocycle aging. *Dent Mater J.* 2017; 36(6): 755-61.

- 59- Tostes BO, Guimarães RB, Noronha-Filho JD, Botelho GD, Guimarães JG, Silva EM. Characterization of Conventional and High-Translucency Y-TZP Dental Ceramics Submitted to Air Abrasion. *Braz Dent J.* 2017; 28(1): 97-104.
- 60- Kansal R, Rani S, Kumar M, Kumar S, Issar G. Comparative evaluation of shear bond strength of newer resin cement (RelyX ultimate and RelyX U200) to lithium disilicate and zirconia ceramics as influenced by thermocycling. *Contemp Clin Dent.* 2018; 9(4): 601-6.
- 61- Liu X, Jiang X, Xu T, Zhao Q, Zhu S. Investigating the shear bond strength of five resin-based luting agents to zirconia ceramics. *J Oral Sci.* 2020; 62(1): 84-8.
- 62- Kiomarsi N, Saburian P, Chiniforush N, Karazifard MJ, Hashemikamangar SS. Effect of thermocycling and surface treatment on repair bond strength of composite. *J Clin Exp Dent.* 2017; 9(8): 945-51.
- 63- Sari F, Secilmis A, Simsek I, Ozsevik S. Shear bond strength of indirect composite material to monolithic zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2016; 8(4):267-74.
- 64- Shin YJ, Shin Y, Yi YA, Kim J, Lee IB, Cho BH, et al. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning.* 2014; 36(5): 479-86.
- 65- Vechiato-Filho AJ, et al. Surface analysis and shear bond strength of zirconia on resin cements after non-thermal plasma treatment and/or primer application for metallic alloys. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017; 72: 284-92.
- 66- Lamas DG, Walsöe De Reca NE. X-ray diffraction study of compositionally homogeneous, nanocrystalline yttria-doped zirconia powders. *J Ma Sci.* 2000; 35: 5563-7.
- 67- Wang D, Guo Y, Liang K. Crystal structure of zirconia by Rietveld refinement. *Sci China Ser A-Math.* 1999; 42(1): 80-6.
- 68- Yashima M, Sasaki S, Kakihana M, Yamaguchi Y, Arashi H, Yoshimura M. Oxygen-induced structural change of the tetragonal phase around the tetragonal–cubic phase boundary in $\text{ZrO}_2\text{--YO}_{1.5}$ solid solutions. *Acta Cryst.* 1994; 50(6): 663-72.
- 69- Arata A, Campos TMB, Machado JPB, Lazar DRR, Ussui V, Lima NB et al. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: A critical evaluation. *J Dent.* 2014; 42(11): 1487-94.
- 70- Kitano Y, Mori Y, Ishitani A, Masaki T. Rhombohedral Phase in Y_2O_3 -Partially-Stabilized ZrO_2 . *J Am Ceram Soc.* 1988; 71(1): 34-6.
- 71- Özcan M, Nijhuis H, & Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual cure resin Cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater.* 2008; 27(1): 99-104.
- 72- Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effect of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J.* 2006; 25(4): 669-74.
- 73- Phark JH, Duarte Jr S, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent.* 2009; 101(1): 29-38.

- 74- Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19(8): 725-731.
- 75- Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int.* 2007; 38(9): 745-53.
- 76- Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Investig.* 2009; 13(2): 229-35.
- 77- Özdemir H, Yanikoglu N, Sagsoz N. Effect of MDP-Based Silane and Different Surface Conditioner Methods on Bonding of Resin Cementsto Zirconium Framework. *J Prosthodont.* 2017; 28(1): 79-84.
- 78- Chuanga SF, Kang LL, Liua YC, Lin JC, Wang CC, Cheng HM, et al. Effects of silane- and MDP-based primers application orders on zirconia–resin adhesion—A ToF-SIMS study. *Dent Mater.* 2017; 33(8): 923-33.
- 79- Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998; 14(1): 64-71.

Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 2 anos após a data da defesa

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 30 de abril de 2020.

Stephania Caroline Rodolfo Silva