



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Araçatuba



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARAÇATUBA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS ODONTOLÓGICOS E PRÓTESE

DANIELLE DE ALMEIDA CAMARGO

Resistência de união entre zircônia (Y-TZP) e cerâmica de cobertura após diferentes tratamentos de superfície (plasma de baixa temperatura (experimental), liner e jateamento com diferentes granulações de óxidos de alumínio).

Araçatuba – SP

2017

DANIELLE DE ALMEIDA CAMARGO

Resistência de união entre zircônia (Y-TZP) e cerâmica de cobertura após diferentes tratamentos de superfície (plasma de baixa temperatura (experimental), liner e jateamento com diferentes granulações de óxidos de alumínio).

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Odontologia de Araçatuba da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" – UNESP, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Bacharel em Odontologia.

Orientador: Prof. Ass: Dr. Aldiéris Alves
Pesqueira

Araçatuba – SP

2017

Dedicatória

Aos meus pais, Ivana e Donizete, agradeço por todo o apoio, por serem minha inspiração, me guiarem e me auxiliarem em todos os meus passos. Pois sem vocês ao meu lado eu jamais teria chegado até aqui. Obrigada por inúmeras vezes abrirem mão de tantas coisas para que pudessem me proporcionar um estudo de qualidade, fazendo com que esse sonho se tornasse real. Serei eternamente grata e estarei com vocês para sempre, obrigada por tudo, amo vocês.

AGRADECIMENTOS

*Em primeiro lugar agradeço à **DEUS**, que é a base de tudo, que guiou todos meus passos para que eu pudesse concluir essa jornada. Iluminando meu caminho para que eu pudesse chegar até aqui, me proporcionando saúde, força e garra. Sempre nos lembrando o quão forte somos e que somos capazes de alcançar todos os nossos sonhos e objetivos.*

*À minha família, **avós, padrinhos, tios(as), primos(as)**, por sempre me apoiarem, pelo orgulho que demonstram ter de mim e por me darem tanto amor e me proporcionarem tantos momentos de alegria.*

*Ao professor **Aldiéris Alves Pesqueira**, que me acolheu, permitindo que eu fosse uma de suas orientadas, me proporcionando um aprendizado imenso. Sempre com muito carinho e humor, tornando os trabalhos mais leves e divertidos.*

*Às minhas amigas de Ipameri **Gabriela Cabral, Gabriela França, Fernanda Andrade, Marcela Skaf, Stefany Aquino, Rafaela Andrade, Letícia Freitas** e ao meu amigo **Gilberto Abdala**, que estão ao meu lado bem antes desse sonho começar a se tornar realidade, e que por mais que a distância física entre nós seja grande, se mantêm presente até hoje durante todo esse caminho percorrido, sempre torcendo por mim e me apoiando. Estarei sempre com vocês.*

*Às minhas companheiras de apartamento, **Letícia Mazza, Thaís Bragiola, Caroline Arai, Marina Cavinatti, Anna Clara Mendes e Rafaela Laruzo**, agradeço à todas pelo companheirismo diário. Foi muito bom dividir meus dias com vocês, se tornaram uma família pra mim, obrigada pelo apoio e por todos os momentos de alegria. Em especial à Letícia, que desde o primeiro dia esteve comigo, me ajudando em tudo que precisei, sempre com muito cuidado e preocupação, sou muito grata por tudo o que fez por mim, você foi mesmo um anjo que Deus mandou para que tudo se tornasse mais fácil, obrigada por tudo.*

*Às amigas-irmãs, **Anna Clara Mendes, Amanda Valente, Jéssica Cordeiro e Juliana Nobre**, e ao amigo-irmão **Murilo Oliveira**, que estiveram comigo em todos os momentos, fossem de alegria, ou tristeza. Se tornaram minha família, meu abrigo e refúgio. Obrigada por tudo o que vivemos, sei que o laço que criamos aqui vai muito além da faculdade. Apesar de qualquer distância estaremos sempre juntos.*

Em especial a Anna que está comigo desde os primeiros dias, por tantas coisas compartilhadas, e pela cumplicidade de sempre. Obrigada por tudo “grude”.

Ao meu companheiro **Leandro Bonfietti**, que sempre esteve ao meu lado, me apoiou, me deu força e sempre me incentivou para que eu chegasse cada vez mais longe. Obrigada por tudo o que fez e faz por mim.

À todos do departamento de prótese, em especial ao **Sandro, Márcio e Letícia**, que sempre fazem de tudo para nos ajudar, muitas vezes deixando as coisas deles de lado para ajudar nas nossas. Vocês são pessoas incríveis, responsáveis e muito competentes, que com certeza terão um futuro brilhante pela frente, estarei sempre torcendo pelo sucesso de vocês.

À **banca examinadora**, obrigada por aceitarem estar comigo neste dia tão importante, me ajudando e dando dicas para a conclusão desse trabalho. Ao professor **Wirley Assunção**, que foi um exemplo com quem aprendi muito, e que me ajudou a ver a prótese com tanto amor, obrigada por todos os ensinamentos.

À **turma 59 da Faculdade de Odontologia de Araçatuba**, sou muito grata por ter feito parte desta turma e por cada momento que passamos juntos, tenho um carinho imenso por vocês e sentirei muita falta. Torço muito pelo sucesso de cada um.

À **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)** pela bolsa de iniciação científica e a **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)** pelo auxílio nº Processo: 2015/11412-3.

À **Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”**, na pessoa do diretor da Faculdade de Odontologia de Araçatuba Prof. Wilson Roberto Poi e do vice-diretor Prof. João Eduardo Gomes Filho.

"O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis."

(José de Alencar).

CAMARGO, DA. **Resistência de união entre zircônia (Y-TZP) e cerâmica de cobertura após diferentes tratamentos de superfície (plasma de baixa temperatura (experimental), liner e jateamento com diferentes granulações de óxidos de alumínio).** 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado) – Faculdade de Odontologia de Araçatuba da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Araçatuba, 2017.

RESUMO

A obtenção de uma união duradoura da interface zircônia/cerâmica de cobertura é uma preocupação para sucesso clínico de restaurações livres de metal. No entanto, as evidências existentes indicam que a técnica para tratamento da superfície da zircônia com melhor previsibilidade e durabilidade ainda não foi determinada. Para aumentar a força de união entre a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) e o revestimento cerâmico e, conseqüentemente, reduzir a incidência de fraturas por cisalhamento durante a vida da prótese, foram propostos vários tratamentos da superfície da Y-TZP, antes do processo de revestimento. Um novo método de tratamento de superfície da Y-TZP utilizando a deposição de um filme por vapor químico melhorado por plasma (*plasma enhanced chemical vapor deposition – PECVD*) está avançando nas pesquisas a fim de obter melhores conhecimentos e resultados. O presente estudo teve por objetivo avaliar a resistência de união entre a zircônia (sem e com tratamentos de superfície) e a cerâmica de cobertura (nano-fluorapatita), após 24 horas de armazenamento em água destilada à temperatura ambiente. Para isso foram utilizadas 60 amostras de zircônia (13×5,4×5 mm) que foram aleatoriamente divididas em 6 grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície: controle/sem tratamento (C), jateamento com partículas de óxido de alumínio de 27 µm (Al₂₇), jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110 µm (Al₁₁₀), jateamento com partículas de óxido de alumínio de 250 µm (Al₂₅₀), aplicação de liner para zircônia (L), e o filme por PECVD (P). Após o tratamento de superfície, foi feita a aplicação da cerâmica de cobertura em todas as amostras. O ensaio de resistência de união entre a zircônia e a cerâmica de cobertura foi realizado em uma máquina de ensaio universal (Instron Model 4400 Universal Testing System, Instron Corporation) usando uma velocidade transversal de 1 mm/min na interface zircônia/cerâmica de cobertura. As amostras foram submetidas ao teste de resistência de união após 24 horas de armazenamento em temperatura ambiente. Os dados obtidos foram submetidos ao teste de aderência à curva normal e submetidos à análise de variância e teste Tukey HSD ($\alpha=0,05$). A resistência ao cisalhamento entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura foi influenciada pelo tratamento de superfície ($P<0,0001$). O grupo P mostrou os maiores valores de resistência ao cisalhamento. Os demais grupos foram similares ao controle ($P>0,05$). Pode-se concluir que o filme depositado

por PECVD mostrou bons resultados de resistência de união entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura.

Palavras-chave: Zircônio. Cerâmica. Gases em plasma. Resistência ao cisalhamento.

CAMARGO, DA. 2017. **Bonding strength between zirconia (Y-TZP) and veneer ceramic after different surface treatments (low temperature plasma (experimental), liner and blasting with different aluminum oxide granulations)**. Final Course Assignment (Bachelor degree) – São Paulo State University (Unesp), School of Dentistry, Araçatuba, 2017.

ABSTRACT

The obtainment of a durable zirconia/veneer ceramic interface bond is a preoccupation for clinical success of metal-free restorations. However, in the existing evidences indicates that the technique with improved predictability and durability has not yet been determined. To increase the bond strength between the yttria stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) to the veneer ceramic and, consequently, reduce the incidence of shear fractures during the life of the prosthesis, several Y-TZP zirconia surface treatments were proposed prior to the coating process. A new method of surface treatment of zirconia using a plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) is advancing in the researches in order to obtain better knowledge and results. The aim of the present study was to evaluate the bond strength between the zirconia (without and with surface treatments) to the veneer ceramic after 24 hours of storage in distilled water at room temperature. For this, a total of 60 Y-TZP samples (13×5.4×5 mm) were divided in 6 groups, according the surface treatment: control – no treatment (C), airborne-particle with 27 µm aluminum oxide (Al₂₇), airborne-particle with 110 µm aluminum oxide (Al₁₁₀), airborne-particle with 250 µm aluminum oxide (Al₂₅₀), zirconia *liner* (L) and the film by PECVD (P). The bond strength test between the zirconia and the cover ceramic was performed in a universal test machine (Instron Model 4400 Universal Testing System, Instron Cooperation) using a transverse velocity of 1 mm/min at the zirconia / veneer ceramic interface. The samples were submitted to the bond strength test after 24 hours storage at room temperature. The data were submitted to the test of adherence to the normal curve and submitted to analysis of variance and Tukey HSD test ($\alpha = 0.05$). The shear strength between Y-TZP and cover ceramic was influenced by surface treatment ($P < 0.0001$). The P group showed the highest values of shear. The other groups were similar to control ($P > 0.05$). It can be concluded that the film deposited by PECVD showed a improve in the bond strength between the Y-TZP and the veneer ceramic.

Keywords: Zirconia. Non-thermal plasma. Shear bond strength. Ceramics.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Amostras retangulares (13×5,4×5 mm) confeccionadas a partir de blocos pré-sinterizados de zircônia Y-TZP (ICE Zirkon Translucent, Zirkonzahn GmbH).....	15
Figura 2	Desenho esquemático do delineamento experimental.....	16
Figura 3	Desenho esquemático da amostra após aplicação da cerâmica de cobertura.....	17
Figura 4	Valores de resistência de união (N) entre Y-TZP e cerâmica de cobertura em função dos diferentes tratamentos de superfície. Letras diferentes representam diferença estatística entre os grupos ($P<0,05$; Tukey HSD test).....	19

LISTA DE ABREVIATURAS

Y-TZP= Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio

PECVD= *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition* (deposição química em fase de vapor assistida por plasma)

Al₂O₃= Óxido de Alumínio

HMDSO= Monômero de Hexametildissiloxano

Ar= Argônio

CH₄= Metano

ANOVA= Análise da variância

SUMÁRIO

1	Introdução	12
2	Objetivo	14
3	Materiais e Métodos	15
4	Resultados	19
5	Discussão	20
6	Conclusão.....	23
7	Referências	24

INTRODUÇÃO

A cerâmica vítrea de nano-fluorapatita destaca-se por suas excelentes qualidades estéticas, como translucidez, fluorescência, opacidade, brilho e textura, biomimetizando a estrutura dentária [1,2]. Contudo, apresenta alto grau de friabilidade, alto módulo de elasticidade, além de baixa tenacidade à fratura, podendo resultar em fraturas internas [3,4]. Objetivando superar essas limitações, a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) destaca-se devido ao seu alto conteúdo cristalino, apresentando excelentes resultados de resistência à fratura, porém com propriedades estéticas reduzidas [5-7]. Ainda, a zircônia é considerada o material cerâmico com propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas odontológicas [6,8,9]. No entanto, devido a sua alta opacidade e características estéticas reduzidas, tornou-se o material de escolha para a fabricação de infraestrutura de próteses dentárias fixas, unitárias ou múltiplas [10-12].

A associação desses materiais cerâmicos gera uma restauração altamente resistente, devido à utilização da zircônia como infraestrutura, e altamente estética, devido à cerâmica vítrea a base de nano-fluorapatita utilizada como cobertura dessa estrutura em zircônia [3,9,13,14]. Contudo, a interface presente entre esses dois materiais cerâmicos é um dos aspectos mais relevantes e críticos, pois a força de união é diretamente influenciada pela inércia química apresentada pela Y-TZP [2,7,15]. Assim, o lascamento da cerâmica de cobertura é descrito na literatura como o maior problema das restaurações livres de metal a base de Y-TZP [5,6,16]. Diversos estudos [2,16,17] propõem tratamentos de superfície da Y-TZP para controlar essa questão, uma vez que uma suficiente resistência de união entre a cerâmica de cobertura e o substrato de zircônia é uma preocupação para o sucesso clínico a longo prazo [7,16].

Dentre esses tratamentos, o jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) é o mais frequentemente utilizado, apresentando bons resultados com relação à resistência de união [10,18]. Entretanto, seu efeito ainda é controverso pois, segundo alguns autores [7,19], uma alteração na rugosidade superficial da zircônia é imprescindível para se obter uma boa união entre esses dois materiais. Porém, para outros [20,21], pode gerar zonas de tensão e trincas na superfície da zircônia. Além do jateamento, a indicação de *liners* para zircônia é igualmente controversa [7,22]. Enquanto muitos fabricantes recomendam sua aplicação, previamente à da cerâmica de cobertura, a fim de melhorar a resistência de união [18] através de melhora na molhabilidade da zircônia [7], há relatos que sua aplicação pode aumentar a

possibilidade de falhas interfaciais, reduzindo a resistência de união na interface desses materiais [7,18,22].

O tratamento pela deposição de filmes a plasma tem mostrado ser promissor na modificação das propriedades químicas e físicas de biomateriais [23,24], no controle bacteriano [23], na melhora da adesão de restaurações ao substrato dentário [23], além de uma nova opção de tratamento de superfície de materiais cerâmicos [22,24]. O tratamento pela deposição de filmes através de vapor químico melhorado por plasma (PECVD - *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*) consiste em uma combinação de monômeros e/ou gases ionizados, contendo uma mistura de partículas altamente reativas, incluindo moléculas, elétrons, íons e radicais livres, depositados na superfície da zircônia após excitação por radiofrequência [21,23,25].

Com a utilização de monômero de hexametildissiloxano (HMDSO) e de gases como argônio (Ar) e metano (CH₄), é possível produzir um filme capaz de melhorar as propriedades superficiais da zircônia [23,25,26], transformando sua superfície inerte em quimicamente ativa, sem que haja algum dano estrutural à sua superfície [2,25,27]. Esse filme fino é depositado sobre a zircônia após tratamento por PECVD, alterando a hidrofilicidade e molhabilidade, produzindo regiões quimicamente ativas para a união com outras moléculas [2,21,23,25-27]. Apesar desses efeitos sobre os sistemas cerâmicos, nenhum estudo avaliou a associação de HMDSO, Ar e CH₄ para melhora da resistência de união entre a zircônia Y-TZP e uma cerâmica vítrea de nano-fluorapatita.

Sabe-se que a obtenção de uma união duradoura da interface Y-TZP/cerâmica de cobertura é uma preocupação para sucesso clínico de restaurações livres de metal. No entanto, devido à grande variedade de métodos de tratamento de superfície, as evidências existentes indicam que a técnica com melhor previsibilidade e durabilidade ainda não foi determinada.

OBJETIVO

O presente estudo teve por objetivo avaliar a resistência de união entre a Y-TZP (sem e com tratamentos de superfície) e a nano-fluorapatita, após 24 horas de armazenamento em água destilada à temperatura ambiente. A hipótese deste estudo foi que o tratamento por PECVD promoveria um aumento dos valores de resistência ao cisalhamento quando comparado aos demais grupos.

MATERIAIS E MÉTODOS

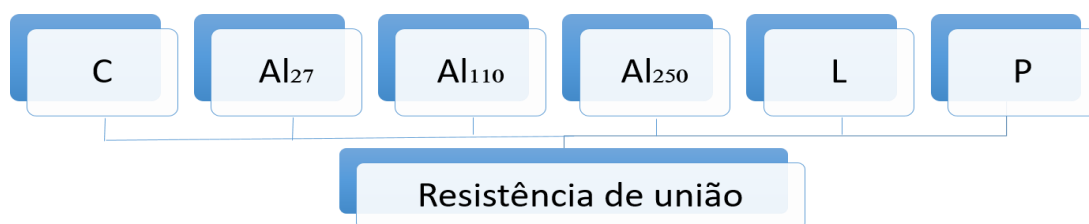
Delineamento experimental

Sessenta amostras retangulares (13x5,4x5mm) (Figura 1) de Y-TZP foram randomizadas em 6 grupos, de acordo com o tratamento de superfície: controle – sem tratamento (C), jateamento com partículas de Al_2O_3 de 27 μm (Al_{27}), 110 μm (Al_{110}), 250 μm (Al_{250}), aplicação de *liner* para zircônia (L) e pela deposição de filmes por PECVD (P). A resistência de união entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura foi testada após 24 horas de armazenamento em água destilada à temperatura ambiente (Figura 2).

Figura 1: Amostras retangulares (13x5,4x5 mm) (N=10) confeccionadas a partir de blocos pré-sinterizados de zircônia Y-TZP (ICE Zirkon Translucent, Zirkonzahn GmbH)



Figura 2: Desenho esquemático do delineamento experimental.



Confecção das amostras

Foram confeccionadas 60 amostras retangulares (13×5,4×5 mm) (N=10) a partir de blocos pré-sinterizados de zircônia Y-TZP (ICE Zirkon Translucent, Zirkonzahn GmbH), para análise de resistência de união. Os blocos foram fresados de acordo com a recomendação do fabricante, sendo submetidos à sinterização final com 1530°C de temperatura durante 5 horas e 52 minutos.

As amostras foram polidas em politriz automática (AutoMet 250, Buehler), com irrigação constante de água e pressão manual por meio de lixa metalográfica de granulação #320 (CarbiMet 2; Buehler) [25,28]. Em seguida, foram submetidas a banho de ultrassom (Lavadora Ultrasonic Cleane, Unique) em água deionizada por 1 minuto, seguido de banho em solução de álcool etílico a 99,3° por 5 minutos e, novamente em banho em água deionizada por 1 minuto, para remoção das impurezas presentes na superfície das mesmas [27].

Tratamentos de superfície

No grupo C não foi realizado nenhum tratamento de superfície após a limpeza das amostras. Para os grupos que receberam o jateamento, o mesmo foi realizado com partículas de Al_2O_3 de 27 μm (grupo Al_{27}) (Aluminum Oxide, Danville Materials), 110 μm (grupo Al_{110}) (Famox, Polidental® Ind. e Com. Ltda) ou 250 μm (grupo Al_{250}) (Famox, Polidental® Ind. e Com. Ltda) em um microjateador (Basic Master; Renfert), sob pressão de 0,4 MPa por 20 segundos, a uma distância de 10 mm perpendicularmente à superfície das amostras, realizando movimentos circulares a fim de tratar toda a face da amostra [29]. No grupo L, o protocolo de aplicação seguiu rigorosamente as orientações do fabricante, onde o pó do *liner* (IPS e.max Ceram ZirLiner; Ivoclar Vivadent) foi misturado com o respectivo líquido (Build-up Liquid; Ivoclar Vivadent) até se obter uma consistência cremosa, aplicado sobre a superfície das amostras e queimado de acordo com as recomendações do fabricante.

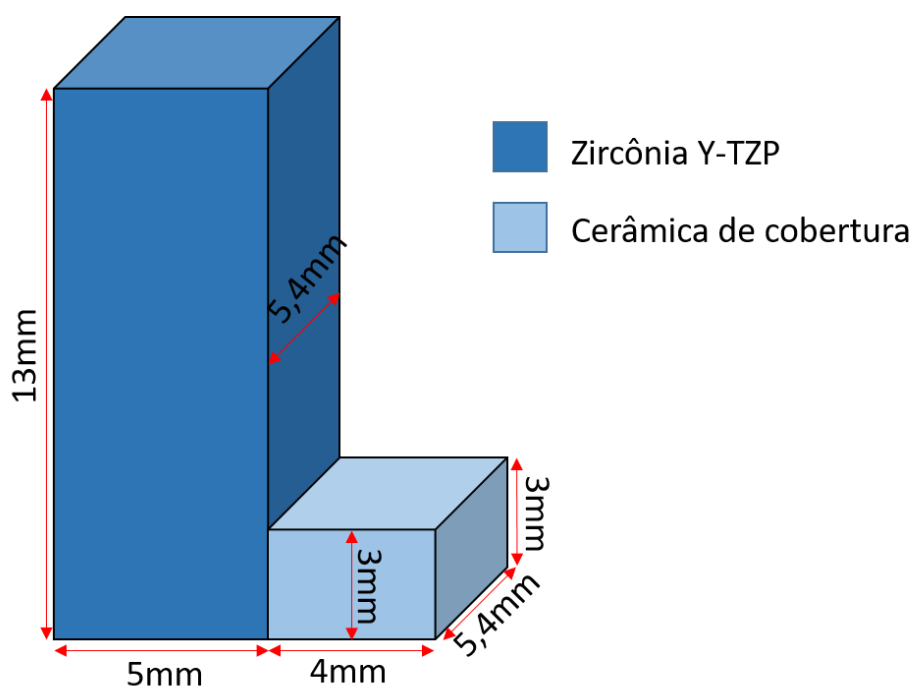
No grupo P, as amostras foram submetidas ao tratamento por PECVD em um reator de aço desenvolvido no Laboratório de Plasmas Tecnológicos (LaPTec, Instituto de Ciências e Tecnologia/UNESP, Sorocaba, Brasil). Inicialmente, foi realizado o *sputtering* das amostras com gases de Ar durante 10 minutos, previamente à deposição por PECVD. O *sputtering* foi realizado com pressão de 20 Pa de Ar, com 70 W de potência de sinal de radiofrequência de 13,56 MHz aplicados no eletrodo inferior (porta-amostras), enquanto o superior permaneceu aterrado. Após o *sputtering*, o reator foi preparado para as condições de deposição de filmes por PECVD. A aplicação do filme

foi realizada com pressão base de 3,4 Pa, com a mistura de 78% de CH₄, 14% de HMDSO e 8% de Ar, com 250 W de potência de sinal de radiofrequência de 13,56 MHz, sendo aplicada no eletrodo superior. O eletrodo inferior recebeu pulsos de 500 V negativos por meio de um autotransformador (Variac) durante todo o processo. A pressão total de trabalho foi mantida constante a 9,2 Pa durante os 30 minutos de deposição. Após esse período, os gases de HMDSO e CH₄ foram interrompidos e apenas o Ar foi mantido no reator durante 8 minutos, mantendo iguais todas as condições.

Resistência ao cisalhamento

Para realização do ensaio de resistência ao cisalhamento, foi aplicada a cerâmica vítrea de nano-fluorapatita (IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent AG) sobre os blocos de Y-TZP, pelo método da condensação, de acordo com as orientações do fabricante para preparo da massa, condensação, temperatura e tempo de cocção. O forno de sinterização utilizado foi o recomendado pelo fabricante da cerâmica (Programat P300, Ivoclar Vivadent AG). A cerâmica foi aplicada manualmente na forma de um retângulo com 3 mm de altura, 5,4 mm de largura e 4 mm de profundidade, seguindo o método Schmitz-Schulmeyer [30] para análise de resistência de união entre dois materiais.

Figura 3: Desenho esquemático da amostra após aplicação da cerâmica de cobertura.



Após a aplicação da cerâmica de cobertura as 60 amostras (n=10) foram submetidas ao ensaio de resistência de união, 24 h após armazenamento em água destilada, em uma máquina de ensaio universal (Instron Model 4400 Universal Testing System, Instron Cooperation) com velocidade transversal de 1 mm/min na interface entre os dois materiais [31]. Um dispositivo foi utilizado para fixar os espécimes na máquina e o valor da carga, até que houvesse a fratura, foi determinado em N.

Análise estatística

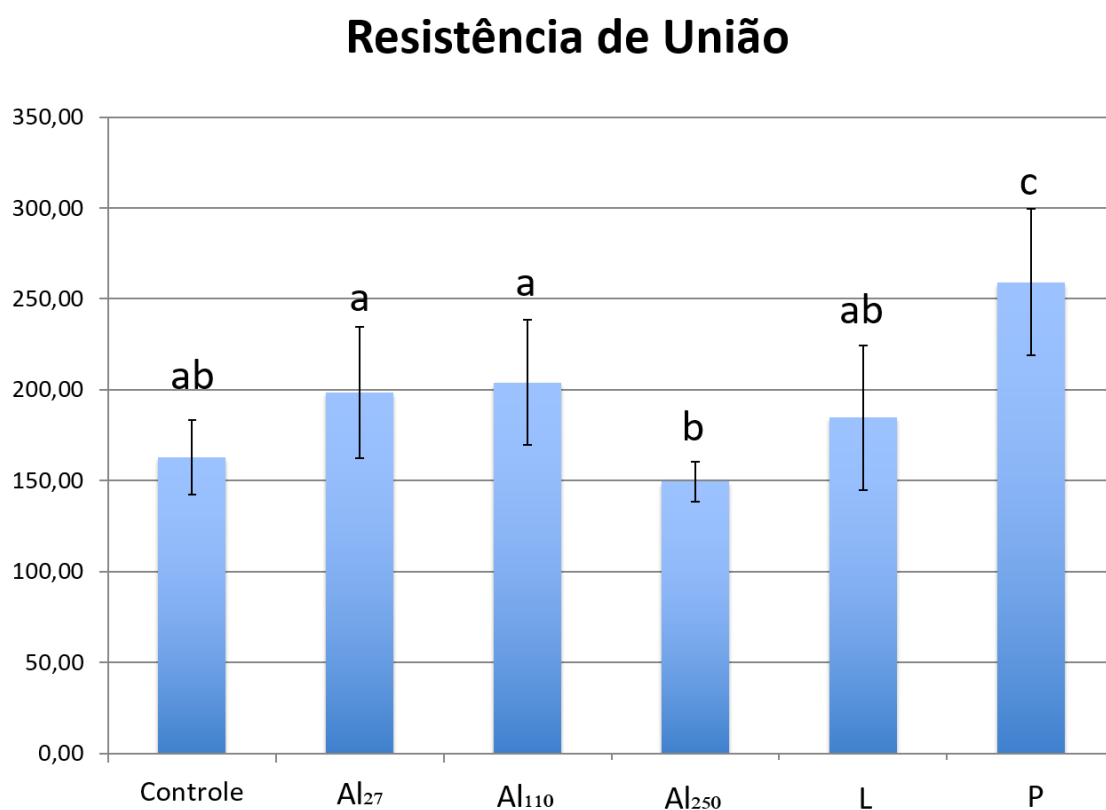
A análise de variância (ANOVA) de um fator (fator 1: tratamento de superfície em 6 níveis) foi utilizada para investigar o efeito dos diferentes tratamentos de superfície. A ANOVA de um fator foi usada para verificar a influência dos tratamentos de superfície na resistência de união entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura. O teste de Tukey HSD foi utilizado para comparar os valores médios entre os grupos ($\alpha = 0,05$) (SPSS version 20.0 — Statistical Package for the Social Sciences, IBM Corp).

RESULTADOS

Resistência de união da interface Y-TZP/cerâmica de cobertura

A resistência ao cisalhamento entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura foi influenciada pelo tratamento de superfície ($P<0,0001$). O tratamento por PECVD aumentou os valores de resistência ao cisalhamento da interface Y-TZP/cerâmica de cobertura quando comparado a todos os demais grupos ($P<0,05$).

Figura 4: Valores de resistência de união (N) entre Y-TZP e cerâmica de cobertura em função dos diferentes tratamentos de superfície. Letras diferentes representam diferença estatística entre os grupos ($P<0,05$; Tukey HSD test).



DISCUSSÃO

A hipótese deste estudo de que o tratamento por PECVD promoveria alteração nos valores de resistência ao cisalhamento foi aceita, uma vez que o filme depositado por PECVD aumentou significativamente a resistência ao cisalhamento da Y-TZP com a cerâmica vítrea de nano-fluorapatita.

Os bons resultados obtidos pelo tratamento por PECVD foram alcançados diante do desenvolvimento da composição do filme. Os elementos utilizados foram selecionados a fim de somar os efeitos que os gases de Ar, CH₄ e o monômero a base de HMDSO proporcionam individualmente na superfície da zircônia, quando excitados pelo processo de tratamento por PECVD. O objetivo foi formar, em todos os passos, uma superfície super-hidrofílica. O filme depositado foi elaborado utilizando o Ar como tratamento inicial (*sputtering*) e final das superfícies de Y-TZP, devido à sua capacidade de produzir uma superfície hidrofílica [32]. O Ar proporciona uma limpeza e ativação superficial, gerando um aumento na molhabilidade e energia de superfície [22]. Esses fatores influenciam diretamente no aumento da força de ligação entre materiais cerâmicos. Além disso, induz ligações químicas resistentes, proporcionando novas regiões quimicamente reativas sem causar efeitos deletérios à estrutura da Y-TZP [2,25,26]. Assim, mesmo isoladamente, é capaz de promover um aumento nos valores de resistência de união entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura [22,24].

O filme depositado por PECVD composto por monômero de HMDSO, em associação com gases de Ar, já foi previamente descrito [25] e apresentou bons resultados na manutenção da topografia superficial e melhora na energia de superfície de cerâmicas vítreas odontológicas.

Em uma recente revisão [23] sobre o uso do tratamento com filmes depositados a plasma na odontologia, foi relatado que esse tratamento é eficaz na modificação das propriedades químicas superficiais de diversos materiais restauradores, além de ser considerado um mecanismo auxiliar na adesão desses materiais. Ainda, foi reportado que a zircônia tratada pela deposição do filme apresenta baixos índices de carbono (C) em sua superfície, atribuídos à contaminantes orgânicos [2,21,23].

Devido à composição e às propriedades dos *liners* se assemelharem à da cerâmica de cobertura, espera-se uma união mais efetiva na interface cerâmica/*liner* do que na interface *liner*/zircônia [7,18]. Diante da capacidade de aumentar o molhamento da zircônia, o *liner* é usado como material intermediário entre a zircônia e a cerâmica de cobertura [7]. Entretanto, estudos [7,18,22] relatam que a ação dos *liners* pode ser prejudicial à resistência de união, aumentando a possibilidade de falha interfacial entre a zircônia e a cerâmica de cobertura. Apesar de ser frequentemente descrito com bons resultados, no presente estudo o grupo L apresentou resultados de resistência ao cisalhamento semelhante ao grupo controle e aos grupos jateados.

No grupo onde foi realizado o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 250 μm , foram encontrados os menores valores de resistência ao cisalhamento. A utilização de maiores partículas de Al_2O_3 no jateamento gera menor taxa de sobrevivência da zircônia [10,34]. Como o efeito do bombardeamento das partículas de Al_2O_3 provoca regiões de tensão compressiva e presença de microtrincas, ocasionadas pela mudança de fase na Y-TZP [35], fraturas da cerâmica de cobertura podem ocorrer com mais frequência. Assim, esse tratamento pode influenciar negativamente na taxa de sobrevivência da resistência de união entre esses materiais. Entretanto, ao se utilizar partículas de menor tamanho, é possível gerar uma modificação superficial sem induzir dano excessivo e, conseqüentemente, concentração de estresse à superfície tratada [10,33], gerando menos zonas de concentração de estresse.

Diferentes testes são realizados para se avaliar a resistência de união entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura, como teste de cisalhamento, teste de carga de três ou quatro pontos, teste de flexão biaxial ou por compressão direta [14]. Deve-se levar em conta que o ensaio de resistência de união por cisalhamento apresenta limitações quando comparado com situações clínicas reais. Contudo, é um dos métodos mais amplamente utilizados quando se objetiva avaliar a resistência interfacial de materiais odontológicos, necessitando interpretar os resultados com cuidado [24]. Assim, o teste de cisalhamento proposto por Schmitz & Schulmeyer [30] utilizado neste estudo, pode ser considerado efetivo ao avaliar a resistência de união entre dois materiais cerâmicos [36], uma vez que as tensões geradas durante o teste são dirigidas,

principalmente, na interface entre os materiais, originando uma distribuição uniforme das tensões interfaciais [36,37].

É preciso ressaltar que, apesar dos resultados laboratoriais promissores e satisfatórios, poucos estudos na área odontológica foram realizados com este tipo de tratamento, o PECVD e, ainda, está avançando nas pesquisas a fim de obter melhores conhecimentos e resultados. Este estudo apresentou como limitações ser um estudo *in vitro*, necessitando de extrapolação clínica para a comprovação da real efetividade do tratamento por PECVD para a melhora da resistência ao cisalhamento e manutenção das propriedades da Y-TZP. Sugere-se a utilização dessa metodologia de deposição de filmes a plasma em ensaios de fadiga mecânica com coroas. Ainda, diante dos bons resultados apresentados por PECVD assistido por bombardeamento iônico, motiva-se a presença de um reator em laboratórios de prótese, a fim de realizar esse tratamento previamente à estratificação da cerâmica de cobertura.

CONCLUSÃO

Pode-se concluir que o filme depositado por PECVD mostrou resultados superiores de resistência de união entre a Y-TZP e a cerâmica de cobertura, quando comparados aos outros tratamentos de superfície.

REFERÊNCIAS

- [1] Reich S, Gozdowski S, Trentzsch L, Frankenberger R, Lohbauer U. Marginal fit of heat-pressed vs. CAD/CAM processed all-ceramic onlays using a milling unit prototype. *Oper Dent* 2008;33:644-50.
- [2] Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP, et al. Surface characterisation and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. *J Dent* 2013;41:51-9.
- [3] Christensen GJ. Porcelain-fused-to-metal versus zirconia-based ceramic restorations, 2009. *J Am Dent Assoc* 2009;140:1036-9.
- [4] Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Adhesion mechanisms at the interface between Y-TZP and veneering ceramic with and without modifier. *J Dent* 2014;42:1473-9.
- [5] Jian YT, Tang TY, Swain MV, Wang XD, Zhao K. Effect of core ceramic grinding on fracture behaviour of bilayered zirconia veneering ceramic systems under two loading schemes. *Dent Mater* 2016;32:1453-63.
- [6] Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005;21:984-91.
- [7] Kim HJ, Lim HP, Park YJ, Vang MS. Effect of zirconia surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic. *J Prosthet Dent* 2011;105:315-22.
- [8] Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent* 2007;35:819-26.
- [9] Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307.
- [10] Aboushelib MN, Wang H. Influence of crystal structure on debonding failure of zirconia veneered restorations. *Dent Mater* 2013;29:97-102.
- [11] Preis V, Grumser K, Schneider-Feyrer S, Behr M, Rosentritt M. Cycle-dependent in vitro wear performance of dental ceramics after clinical surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016;53:49-58.
- [12] Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont* 2008;17:401-8.
- [13] McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. *J Prosthet Dent* 2001;85:61-6.
- [14] Doi M, Yoshida K, Atsuta M, Sawase T. Influence of pre-treatments on flexural strength of zirconia and debonding crack-initiation strength of veneered zirconia. *J Adhes Dent* 2011;13:79-84.

- [15] Wang C, Niu LN, Wang YJ, Jiao K, Liu Y, Zhou W, et al. Bonding of resin cement to zirconia with high pressure primer coating. *PLoS One* 2014;9:e101174.
- [16] Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J* 2008;27:448-54.
- [17] Liu D, Matinlinna JP, Tsoi JK, Pow EH, Miyazaki T, Shibata Y, et al. A new modified laser pretreatment for porcelain zirconia bonding. *Dent Mater* 2013;29:559-65.
- [18] Wang G, Zhang S, Bian C, Kong H. Interface toughness of a zirconia-veneer system and the effect of a liner application. *J Prosthet Dent* 2014;112:576-83.
- [19] 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;23:45-50.
- [20] Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bonding to zirconia using a new surface treatment. *J Prosthodont* 2010;19:340-6.
- [21] Silva NR, Coelho PG, Valverde GB, Becker K, Ihrke R, Quade A, et al. Surface characterization of Ti and Y-TZP following non-thermal plasma exposure. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2011;99:199-206.
- [22] Lee M-H, Min KB, Son SJ, Kwon T-Y. Influence of different post-plasma treatment storage conditions on the shear bond strength of veneering porcelain to zirconia. *Materials* 2016;9:43.
- [23] Liu Y, Liu Q, Yu QS, Wang Y. Nonthermal atmospheric plasmas in dental restoration. *J Dent Res* 2016;95:496-505.
- [24] Canullo L, Micarelli C, Bettazzoni L, Magnelli A, Baldissara P. Shear bond strength of veneering porcelain to zirconia after argon plasma treatment. *Int J Prosthodont* 2014;27:137-9.
- [25] Vechiato Filho AJ, Santos DM, Goiato MC, Medeiros RA, Moreno A, Bonatto LR, et al. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent* 2014;112:1156-63.
- [26] Vechiato-Filho AJ, Silva Vieira Marques I, Santos DM, Matos AO, Rangel EC, Cruz NC, et al. Effect of nonthermal plasma treatment on surface chemistry of commercially-pure titanium and shear bond strength to autopolymerizing acrylic resin. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2016;60:37-44.
- [27] Han GJ, Chung SN, Chun BH, Kim CK, Oh KH, Cho BH. Effect of the applied power of atmospheric pressure plasma on the adhesion of composite resin to dental ceramic. *J Adhes Dent* 2012;14:461-9.
- [28] Amaral R, Ozcan M, Valandro LF, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;85:1-9.

- [29] Yamaguchi H, Ino S, Hamano N, Okada S, Teranaka T. Examination of bond strength and mechanical properties of Y-TZP zirconia ceramics with different surface modifications. *Dent Mater J* 2012;31:472-80.
- [30] Schmitz K, Schulmeyer H. Determination of the adhesion of dental metal-porcelain bonding systems. *Dent Labor* 1975;23:1416-20.
- [31] Sun T, Shao L, Deng B, Wen N. Shear bond strengths between ceramic cores and veneering ceramics of dental bi-layered ceramic systems and the sensitivity to thermocycling. *Ceramics - Silikaty* 2012;56:238-44.
- [32] Chen M, Zhang Y, Sky Driver M, Caruso AN, Yu Q, Wang Y. Surface modification of several dental substrates by non-thermal, atmospheric plasma brush. *Dent Mater* 2013;29:871-80.
- [33] Yang B, Barloi A and Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater.* 2010; 26:44-50.
- [34] Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater* 2008;24:633-8.
- [35] Yoon HI, Yeo IS, Yi YJ, Kim SH, Lee JB, Han JS. Effect of surface treatment and liner material on the adhesion between veneering ceramic and zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater* 2014;40:369-74.
- [36] Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008;24:1556-67.
- [37] Anusavice KJ, Dehoff PH, Fairhurst CW. Comparative evaluation of ceramic-metal bond tests using finite element stress analysis. *J Dent Res* 1980;59:608-13.