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

VIRGÍLIO VILAS BOAS FERNANDES JÚNIOR

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA E CARACTERÍSTICAS DA ZIRCÔNIA APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

2017

VIRGÍLIO VILAS BOAS FERNANDES JÚNIOR

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA E CARACTERÍSTICAS DE SUPERFÍCIE DA ZIRCÔNIA APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Dentística.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Filomena Rocha Lima Huhtala

São José dos Campos

2017

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2017]. Disponível em http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Vilas Boas Fernandes Jr, Virgílio
AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA E CARACTERÍSTICAS DA ZIRCÔNIA APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE / Virgílio Vilas Boas Fernandes Jr. - São José dos Campos : [s.n.], 2017.
76 f. : il.

Tese (Doutorado) - - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2017.
Orientador: . Maria Filomena Rocha Lima Huhtala.

1. Adesividade. 2. Resistência à tração. 3. Espectrofotometria infravermelho. I. Rocha Lima Huhtala, . Maria Filomena , orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Profa Leila Novaes - Seção Técnica de Aquisição e Tratamento da Informação (STATI) do ICT/UNESP. Dados fornecidos pelo autor

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra Maria Filomena R. L. Huhtala (Orientadora)
Universidade Estadual Paulista (Unesp)
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Prof. Adj. Eduardo Bresciani
Universidade Estadual Paulista (Unesp)
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. João Maurício Ferraz da Silva
Universidade Estadual Paulista (Unesp)
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Caio Gorgulho Zanet
Universidade Ibirapuera (UNIB)

Prof. Dr. Rogério de Lima Romeiro
Faculdade de Pindamonhangaba (FAPI)

São José dos Campos, 01 de setembro de 2017.

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Edna Alves Fernandes Vilas Boas e Virgílio Vilas Boas Fernandes** (*in memorian)*, pelo carinho e dedicação. Não há palavras suficientes para agradecer-lhes por tudo de bom que ambos fizeram e ainda fazem por mim. A educação sempre foi primordial em minha vida e esse momento, em grande parte, se deve à vocês que sempre batalharam para que eu tivesse a melhor formação possível.

Aos meus irmãos, **Ricardo e Maurício**, pelo carinho e alegria mesmo nos momentos mais difíceis e fatigantes.

À minha esposa, **Natália Passos Ferreira**, pelo carinho, paciência e dedicação. O meu desenvolvimento profissional exige muitas vezes ausência e mediante sua compreensão consigo prosseguir em minha caminhada profissional e familiar. Sem dúvida sua presença, amor e companheirismo, torna esse caminho mais suave e me dá forças para prosseguir.

À minha adorável e recente filha **Maitê**, a qual mesmo antes de vir ao mundo já tornou minha vida mais doce e completa.

Aos meus amigos, **Alberto, Romildo, Fausto, Alessandro, Fábio, Eduardo, André, Alex, Fabiano, Ângelo, Raphael, Jean, Gian, Natália, Fabiana, Larissa, Daniela, Patrícia, Elisa e Mara,** pela amizade e companheirismo. Essas amizades sempre estiveram presentes em quase todos os momentos de minha vida e não poderia ser diferente agora. Tenham certeza que as cultivarei para sempre.

Ao meu grande amigo Prof. Dr. **João Maurício** ao qual além de uma grande admiração profissional, tenho uma amizade que ultrapassa os limites dessa vida e pela qual sempre a cultivarei. Espero em vidas futuras ter uma amizade tão estreita como essa. Torço para que nossas filhas sigam esse mesmo caminho.

À minha orientadora profa Dra. **Maria Filomena Huhtala**, que com sua paciência de educadora, firmeza de uma líder e a doçura de uma mãe, me tornou um profissional e pessoa mais madura e humana. Foram anos muito gratificantes e que jamais esquecerei.

Aos meus sogros, **Fausto Fagioli e Márcia Cristina,** pelos conselhos, carinho e apoio que vocês sempre me proporcionaram.

À todos os pacientes os quais já tratei, principalmente aqueles que, normalmente por necessidade, colaboraram involuntariamente para o meu aprendizado em graduação e pós-graduação. Se hoje ou posso proporcionar bons atendimentos e evoluir profissionalmente, isso se deve, em grande parte a essas pessoas.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", na pessoa do diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpara pelos 17 anos de aprendizado e convivência.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa do coordenador Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges.

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora.

Ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv), na pessoa do Prof. Álvaro pela ajuda na condução de uma parte experimental desse trabalho.

Ao Prof. Adj. Eduardo Bresciani pela imensa boa vontade em me ajudar na análise estatística deste trabalho.

Aos professores Rogério Romeiro e Pedro Feitosa, assim como toda a equipe da *Implant Team Brazil*, por ter aberto portas para meu desenvolvimento acadêmico mediante nossas parcerias em diversos cursos espalhados pelo Brasil.

À amiga e colega Débora Dantas pela parceria e colaboração nos projetos desenvolvidos durante meu doutorado.

À todos os amigos e colegas da pós-graduação pelo convívio e parceria durante esses quase 3 anos.

À todos os professores que eu tive a possibilidade de conviver e aprender nos diversos graus escolares de minha vida e que contribuíram para a minha cidadania, honestidade e profissionalismo.

“A maior recompensa para o trabalho do homem não é o que ele ganha com isso, mas o que ele se torna com isso” John Ruskin

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS..... 8
LISTA DE TABELAS..... 10
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS..... 11
RESUMO..... 12
ABSTRACT..... 13
1 INTRODUÇÃO 14
2 REVISÃO DE LITERATURA 19
2.1 Cimentos resinosos e resistência adesiva..... 19
2.2 Zircônia..... 26
2.3 Plasma não térmico..... 32
3 PROPOSIÇÃO..... 39
4 MATERIAL E MÉTODOS..... 40
4.1 Preparo dos espécimes..... 40
4.2 Plasma não térmico..... 43
4.3 Cimentação..... 44
4.4 Teste de microtração..... 46
4.5 Análise das fraturas..... 49
4.6 Rugosidade superficial..... 49
4.7 Mensuração do ângulo de contato..... 50
4.8 Espectroscopia por infravermelho (FTIR)..... 52
4.9 Planejamento estatístico..... 53
4.9.1 Planejamento experimental..... 53
4.9.2 Hipótese de nulidade..... 53
4.9.3 Análise de dados..... 54
5 RESULTADOS..... 55
5.1 Teste de resistência adesiva..... 55
5.2 Modo de fratura..... 57
5.3 Rugosidade superficial..... 57
5.4 Ângulo de contato..... 59
5.5 Espectroscopia por infravermelho (FTIR)..... 61
6 DISCUSSÃO..... 63
7 CONCLUSÃO..... 68
REFERÊNCIAS..... 69

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma com distribuição dos grupos para microtração..... 16

Figura 2 – Equipamento do plasma não térmico 43

Figura 3 – Matriz para confecção dos blocos de resina composta..... 44

Figura 4 – Dispositivo para cimentação..... 45

Figura 5 – Base de resina para fixação dos conjuntos com cera..... 46

Figura 6 – Fixação dos conjuntos para cortes dos palitos..... 47

Figura 7 – Equipamento de ensaio universal (EMIC) 48

Figura 8 – Palito fixado sobre dispositivo para ensaio de microtração..... 48

Figura 9 – Equipamento para análise da rugosidade superficial (inteferômetro NewView 200)..... 50

Figura 10 – Equipamento para medição do ângulo de contato (Goniômetro TL100 Attension)..... 51

Figura 11 – Esquema do posicionamento da amostra no FTIR..... 52

Figura 12 – Gráfico com os valores das médias e desvio padrão para resistência adesiva 56

Figura 13 – Gráfico com as porcentagens dos tipos de fratura em cada grupo 57

Figura 14 – Gráfico com os valores das médias e desvio padrão para rugosidade superficial 58

Figura 15 – Gráfico com os valores das médias e desvio padrão para o ângulo de contato..... 61

Figura 16 – Gráfico com as curvas de espectros referentes à análise em FTIR 62

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Resultado do teste de Tukey para resistência adesiva 56

Tabela 2 – Resultado do teste de Tukey para rugosidade superficial..... 58

Tabela 3 – Resultado da ANOVA 2 fatores 59

Tabela 4 – Resultados do teste de Tukey para o fator tratamento de superfície 60

Tabela 5 – Resultados do teste de Tukey para a interação tratamento de superfície x tempo 60

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Ar	Gás Argônio
Bar	Unidade de pressão
Bis-gma	Bisfenol glicidil metacrilato
C	Elemento carbono
^{o}C	Grau Celsius
CAD/CAM	Computer-aided design/Computer-aided manufacturing
-COOH	Grupo carboxila
FTIR	Espectroscopia por infravermelho
GPa	Gigapascal
Hema	2-Hidroxietil metacrilato
HF	Ácido fluorídrico
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Megapascal
OH^{-}	Grupo hidroxila
Y-TZP	Zircônia reforçada por ytrio
µm	Micrômetros
µTBS	Mictrotração

Fernandes Jr VVB. Avaliação da resistência adesiva e características da zircônia após diferentes tratamentos de superfície [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

RESUMO

O objetivo desse estudo *in vitro* foi avaliar a resistência adesiva, rugosidade superficial, ângulo de contato e o espectro infravermelho da zircônia, após diferentes tratamentos de superfície. Para isso, blocos (n=9) de zircônia Y-TZP (e.max ZirCad - Ivoclar, Schann, Liechtenstein) foram seccionados em 39 fatias (12 x 11x 3 mm) divididas em grupos de acordo com cada teste. Para resistência adesiva, 20 fatias foram divididos em: 2 grupos controle; JAT, jateamento com óxido de alumínio e sílica + *primer* (Monobond Plus - Ivoclar, Schann, Liechtenstein); HFP, condicionamento com ácido fluorídrico 10% + *primer*, e 3 experimentais: PL, plasma (Plasma Não Térmico de Superfície - modelo SAP); PLP, plasma + *primer*; HFPLP, ácido fluorídrico + plasma + *primer*. Cada fatia de zircônia foi cimentada (Multilink N - Ivoclair, Schann, Liechtenstein) a um bloco pré-polimerizado de resina composta. Após a cimentação os espécimes foram seccionados, e 48 palitos com área adesiva de 1 mm^2 foram obtidos em cada grupo para o ensaio de microtração (μTBS). Quatro outras fatias foram submetidas à análise de rugosidade superficial e 12 fatias submetidas à análise do ângulo de contato, após os seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento (AV), aplicação de ácido fluorídrico a 10% (AHF), aplicação de plasma (AP) e jateamento (AJ), sendo que para o ângulo de contato foram feitas medições imediatamente após o tratamento, após 12 e 24 horas. Os resultados foram submetidos à análise estatística Anova e teste de Tukey a 5% ($p< 0,05$). Os espectros das ligações químicas da superfície da zircônia foram determinados em 3 outras amostras após as seguintes condições: sem tratamento (AV), jateamento (JAT) e aplicação de ácido fluorídrico 10% seguido da aplicação do plasma (AHFP). Em termos de adesão, não houve diferença estatística significante entre os grupos JAT e HFPLP, porém esses 2 foram estatisticamente superiores ao grupos HFP, PL e PLP. O jateamento demonstrou aumentar significantemente a rugosidade superficial em relação aos demais grupos. O plasma demonstrou diminuir o ângulo de contato da superfície da zircônia imediatamente e ao longo de 48 horas.

Palavras-chave: Adesividade. Resistência à tração. Espectrofotometria infravermelho.

Fernandes Jr VVB. Bond strength and surface characteristics evaluation of zirconia after different treatments [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2017.

ABSTRACT

The purpose of this in vito study was to evaluate zirconia bond strength, surface roughness, contact angle and to mesure infrared spectrum after different surface treatments. Y-TZP zirconium (e.max ZirCAD - Ivoclair, Schann, Liechtenstein) blocks (n=9) were sliced into 36 discs (12 x 11 x 3 mm) and divided (n=4) into surface treatment groups as following: two control groups: JAT, airborne-particle abrasion and HFP, 10% hydrofluoric acid etching + primer (Monobond Plus - Ivoclair, Schann, Liechtenstein)application ,and three experimental groups: PL, non-thermal plasma (Surface Non-Thermal Plasma SAP model) application; PLP non-thermal plasma + primer application, and HFPLP, 10% hydrofluoric acid etching + non-thermal plasma + primer application. Each zirconia disk was cemented (Multilink N - Ivoclair, Schann, Liechtenstein) to a pre-polymerized resin block (Filtek Z350 - 3M, St Paul, MN, USA). After cementation the specimens were sectioned and 48 sticks with adhesive area of 1 mm^2 obtained from each group for micro-tensile testing (μTBS). Four discs were submitted to surface roughness analysis and 12 discs to contact angle analysis, after the following surface treatments: no treatment (AV), 10% hydrofluoric acid etching (AHF), non-thermal plasma application (AP); and airborne- particle abrasion (AJ). The results were submitted to ANOVA and Tukey's test ($p < 0.05$). Zirconia surface chemical bonds spectrum was determined in infrared spectroscopy for three specimens after the conditions: no treatment; airborne- particle abrasion and hydrofluoric acid etching + non-thermal plasma application. The results showed no statistically significant differences between the groups JAT and HFPLP, but these two groups were statistically superior to HFP, PL and PLP. Airborne- particle abrasion resulted in a significant increase of surface roughness compared to the other groups. Non-thermal plasma was shown to decrease the contact angle of the surface, within 48 hours.

Keywords: Adhesiveness. Tensile Strength. Spectrophotometry, infrared.

1 INTRODUÇÃO

A Odontologia Restauradora tem sido modificada em diversos aspectos que têm instituído novas regras às modalidades terapêuticas com restaurações indiretas, em especial com as cerâmicas restauradoras (Conrad, 2007) e os cimentos resinosos (Frankenberger, et al., 2008; Kumbuloglu et al., 2005; Pameijer, Stanley, 1992). Restaurações do tipo onlay, inlay, coroas e retentores intrarradiculares, passam por aperfeiçoamentos constantes quanto à composição do material restaurador e quanto às técnicas de preparo, porém a cimentação sobre a superfície dental ainda é um desafio para a retenção e longevidade dessas restaurações.

As restaurações estéticas indiretas são defendidas por solucionar algumas deficiências relacionadas às restaurações diretas com resina composta, tais como: menor resistência ao desgaste do material, dificuldade em se estabelecer contatos proximais, contração de polimerização, microinfiltração e sensibilidade pós-operatória.

As restaurações metalocerâmicas surgiram como uma opção de reabilitação confiável em termos de durabilidade e resistência, sendo então consideradas como tratamento padrão em odontologia, devido à elevada taxa de sucesso (Pröbster, Diehl, 1992; Isgro et al., 2005). Nesse sistema, falhas biológicas são mais comumente enfatizadas; já complicações mecânicas, tais como fratura e/ou lascamento da porcelana de cobertura, são raramente descritas (Bottino et al., 2001).

Embora seja relatada uma longevidade clínica para as restaurações metalocerâmicas, se as tensões mecânicas e térmicas forem mais bem controladas, um desempenho clínico semelhante pode ser alcançado por outros sistemas cerâmicos, como por exemplo para os chamados metal-free

(Raigrodski, 2004).

Apesar de por muito tempo as restaurações metalocerâmicas terem sido usadas como modalidade reabilitadora, a sua limitação estética, principalmente em região anterior, torna o seu uso restrito (Baratieri et al., 2002; Busato et al., 2004).

A grande procura por restaurações que se assemelham à estrutura dental, mais estéticas levou a indústria de materiais odontológicos a pesquisar o desenvolvimento de produtos que pudessem oferecer um resultado estético bastante satisfatório, que se aproximasse mais da aparência do dente natural. Esta preocupação levou ao emprego de sistemas restauradores totalmente cerâmicos, obtendo em diversas situações clínicas, resultados estéticos e biológicos mais vantajosos. Entretanto, a crescente valorização da estética e a ampliação do seu emprego na região posterior, exigiram cerâmicas mais resistentes (Bonfante et al., 2009).

Mclean e Hughes (1965) e Andersson e Odén (1993), pesquisaram a possibilidade de incorporação de óxidos (titânio, alumínio e zircônia) para limitar a expansão e as trincas, aumentando assim a rigidez da cerâmica. Dessa maneira, alguns autores (Bonfante et al., 2009; Andreiolli et al., 2009), realizaram estudos e avaliações sobre as características e aplicações desses novos sistemas na odontologia.

Dentre os óxidos utilizados nas cerâmicas odontológicas, a zircônia é um material biocompatível, bioinerte, com alta resistência mecânica, estabilidade química, baixa condutividade térmica e excelente estética (Ichikawa et al., 1992).

A zircônia quando associada à cerâmica feldspática de cobertura, permite sua utilização para confecção de infraestruturas de coroas unitárias, múltiplas, pilares e próteses sobre implantes (Andreiolli et al., 2009; Kohorst et al., 2011).

Com o objetivo de aperfeiçoar a adaptação marginal e diminuir o tempo de trabalho laboratorial, avanços tecnológicos tem ocorrido. Dentre esses avanços destacam-se os sistemas CAD/CAM nos quais há a possibilidade de fresagem de blocos pré-fabricados, inclusive em zircônia (Hart, Powers, 1994; Bottino, 2001; Pereira et al., 2015; Arai et al., 2017).

O tratamento de superfície convencional das cerâmicas odontológicas, envolve o uso de ácidos (Cavalcanti et al., 2009), sendo o mais usado o ácido hidrofluorídrico (HF), em concentrações que variam de 2 a 12% em períodos que variam entre 1 a 4 minutos, de acordo com cada fabricante, seguido da aplicação de agente de união silano (Campos et al., 2005). O uso desse ácido é comprovadamente significativo na criação de uma retenção micromecânica devido à corrosão da superfície provocada pela ação dos íons fluoreto sobre a malha de silício-oxigênio, potencializando este efeito pela diminuição do pH e aumento da concentração de íon fluoreto no ácido utilizado (Zavanelli et al., 2006; Souza et al., 2011).

A zircônia, apesar das vantagens citadas, possui baixa energia de superfície, conferindo baixa adesividade após a cimentação, mesmo com uso de cimentos resinosos e tratamentos de superfície com ácidos ou jateamentos seguido de aplicação de *primers* (Burke et al., 2002; Blatz et al., 2004). Isso se deve à composição desse policristalino, que ao contrário de outras cerâmicas odontológicas, possui ausência de fase vítrea, o que lhe confere alta estabilidade química e resistência à corrosão ácida (Pereira et al., 2015).

O jateamento com partículas abrasivas de óxido de alumínio envolvidas por sílica tem sido o melhor caminho encontrado até o momento para se criar uma retenção micromecânica, pela própria ação abrasiva do jateamento sob pressão controlada e pela mudança de superfície devido à incorporação das partículas de alumínio envolvidas por sílica. Dessa maneira cria-se não só uma superfície mais reativa à silanização, como também uma melhor interação com o

cimento resinoso (May et al., 2010; Amaral et al., 2014; Özcan, Bernasconi, 2015).

Apesar do ganho retentivo causado pela mudança estrutural que o jateamento promove sobre a superfície da zircônia, devido ao aumento da rugosidade superficial e impregnação de partículas de sílica, é importante salientar que esse tratamento introduz microtrincas estruturais, o que pode resultar em degradação significativa no desempenho dessas restaurações a longo prazo (Zhang et al., 2004).

Uma alternativa no tratamento de superfície na zircônia é a aplicação de plasma não térmico de argônio, onde uma interação ocorre entre íons e elétrons do plasma promovendo quebra dos radicais estabilizados formando grupos polares superficiais, promovendo descontaminação e aumentando a reatividade da superfície (Murakami et al., 2013; Canullo et al., 2014; Lopes et al., 2014).

A ciência do plasma tem sido de particular interesse para os pesquisadores em diversas áreas de conhecimento, desde os anos 90. Sua evolução gerou pesquisas em diversas aplicações, incluindo a esterilização industrial, controle de poluição, a ciência dos polímeros, segurança alimentar e biomedicina. Os dados que demonstram efeitos positivos sobre as células humanas, tais como a citólise de células de cancro, melhora na cicatrização de feridas, angiogênese, e outros, na ausência de efeitos tóxicos, certamente promovem futuras aplicações (Lim et al., 2007; Kong et al., 2009; Ferrell et al., 2013, Kim GC et al., 2013).

Nas ciências físicas, o plasma é descrito como o quarto estado da matéria, além de sólidos, líquidos e gases. Plasmas naturais representam a maior parte do universo visível incluindo o sol, as estrelas, a ionosfera da Terra. O plasma também é produzido artificialmente para ser usado, por exemplo, em monitores e lâmpadas fluorescentes, tratamento de superfície de sólidos e, ultimamente, também no setor biomédico. Anos de investigação tem feito enormes progressos nesta área. Atualmente, um número de diferentes fontes de plasma atmosférico

está disponível para aplicação (Heinlin et al., 2011). Na odontologia, se utilizado correta e eficazmente, o tratamento com o plasma sobre a superfície dentinária evita a contaminação e prepara a superfície dentinária para uma adesão forte e durável para materiais restauradores, como a resina composta (Dong et al., 2013; Zhang et al., 2014; Ritts et al., 2010; Franco, 2016).

O resultado do condicionamento da zircônia com plasma de argônio através do ângulo de contato alcançado para o primer MDP dispensado na superfície de zircônia tem sido observado (Silva et al., 2011). Os autores obtiveram uma diminuição próximo a 0^{o}, relatando forças químicas de união entre o monômero de MDP e os íons metálicos presentes nas cerâmicas odontológicas restauradoras.

Diante da grande dificuldade de se obter uma adesão eficaz e duradoura à zircônia sem causar danos estruturais como os que o jateamento pode provocar, novas abordagens se fazem necessárias em relação ao tratamento de superfície e consequentemente em relação à resistência adesiva obtida; fator esse importante na longevidade do elemento dental reabilitado.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Para facilitar a leitura e compreensão, este capítulo foi dividido em 3 partes:

- cimentos resinosos e resistência adesiva;
- zircônia;
- plasma não térmico.

2.1 Cimentos resinosos e resistência adesiva

Testes laboratoriais convencionais, que determinam valores de retenção associados a estudos de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e que avaliam a qualidade da adesão, vem sendo utilizados como uma maneira eficiente para comparar vários tipos de materiais e cimentos. Esses estudos mostram que, teoricamente, o conjunto com maior resistência *in vitro* teria menor possibilidade clínica de deslocamento como resultado de forças normais da oclusão (Deutsch et al., 1983).

O teste de microtração, tem sido utilizado para avaliar a resistência de união de adesivo/resina composta com o substrato dentário, parece também ser o modelo ideal para avaliar a resistência de união cimento/dentina (Goracci et al., 2005; Mannocci et al., 2001; Bouillaguet et al., 2003). Este teste tem a vantagem de poder diminuir o número dos corpos de prova, pois mede a força de união de espécimes de até 0,5 mm^2 (Gaston, 2001; Sanares et al., 2001) possibilitando uma distribuição uniforme das forças durante a aplicação da carga, o que evita fraturas coesivas na dentina radicular sob cargas, permitindo uma correta

mensuração da resistência de união da interface. O teste também mostrou que a força de união dos adesivos à dentina é inversamente proporcional à área de adesão (Sano et al., 1994) o que permite uma menor variabilidade do substrato dentário em pequenas áreas de estudo, minimizando a influência de fatores inerentes aos procedimentos de adesão (Pashley et al.,1999, 2003).

Diferentes testes têm sido utilizados para analisar a resistência de adesão de diferentes tipos de cimentos. Os testes de tração e compressão com carga oblíqua e extrusão, que podem ser utilizados para avaliar a resistência adesiva, podem ser altamente influenciados pela falta de padronização dos procedimentos adesivos (Morris, 2001; De Gee, 2001; Bouillaguet et al., 2003; Ari et al., 2003) e pelas diferenças na espessura da camada de cimento (Perdigão et al., 2006).

Della Bona e Anusavice (2002a) testaram se o padrão da topografia superficial mudaria de acordo com o tipo de ácido, microestrutura e a composição da cerâmica. Foi realizada uma análise qualitativa e quantitativa da microestrutura de 15 cerâmicas: Vita VMK opaco (VITA), Vita Omega opaque (VITA), Vita VMK95 dentina (VITA), Vita Omega dentina (VITA), Vitadur Alpha (VITA), Vitadur N core (VITA), Vitadur N dentina (VITA), Vita Hi-Ceramic (VITA), Mirage II Fiber (Mirage), Mirage (Mirage), Fortress (Mirage), Colorlogic (Ceramco), IPS Classic (Ivoclar) e Duceram LFC (Ducera). Essas análises foram feitas por meio de MEV, difração óptica de raios-X, perfilômetro óptico e análise espectroscópica dispersiva de comprimento de onda. Os ácidos utilizados foram: 1 - Ácido fluorídrico a 9,6%; 2 - Flúor fosfato acidulado a 4%; 3 - Ácido com gel de amônia a 10% e para a utilização de cada um seguiu-se a recomendação do fabricante. Os autores concluíram que houve diferença na microestrutura e na composição cerâmica, pois os mesmos são fatores controlados no desenvolvimento da retenção micro-mecânica, produzidos pelo condicionamento ácido. O mecanismo de

condicionamento ácido foi diferente para os três ácidos, sendo que o HF produziu o padrão de condicionamento mais proeminente para todas as cerâmicas avaliadas.

Della Bona e Anusavice (2002b) avaliaram, mediante teste de microtração, o efeito do ácido fluorídrico sobre os valores de adesão em 7 tipos de cerâmica: Vitadur Alpha (VITA), Vitadur N Core (VITA) Vita Omega Opaco (VITA), Vita Omega Dentina (VITA), Fortress (Mirage), Mirage II (Mirage), Duceram LFC (Ducera). Quatro condições experimentais de condicionamento de superfície foram testadas: 1 – ácido fluorídrico 9,6%; 2 - flúor fosfato acidulado a 4%; 3 - ácido com gel de amônia a 10%; 4 – silano. Quarenta amostras de cada cerâmica foram confeccionadas e divididas em quatro grupos (n=10) de acordo com o tipo de tratamento de superfície empregado. O cimento resinoso utilizado foi o RelyX Arc (3M) e a carga utilizada foi de 0,73N. Os valores de resistência adesiva variaram de 2,6 MPa para o grupo da cerâmica Duceram LFC tratada com flúor fosfato acidulado até 11,4 MPa para o grupo da cerâmica Fortress tratada com silano. A cerâmica Duceram LFC tratada com qualquer um dos três tipos de ácidos produziu os menores valores de resistência adesiva. O uso do silano produziu valores de resistência adesiva, superiores quando comparados a qualquer um os três tipos de ácidos, independente da cerâmica utilizada. Não houve diferença estatística para a cerâmica tratada com flúorfosfato acidulado e com ácido com gel de amônia. O condicionamento com ácido HF produziu os maiores valores de resistência adesiva para todas as cerâmicas analisadas. A análise por MEV mostrou que todas as falhas ocorreram na zona adesiva. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido HF foi mais efetivo que os outros dois grupos e o uso do silano resultou em uma contribuição relevante para a união da cerâmica com o cimento resinoso.

Hikita et al. (2007), avaliou através de teste de microtração a eficiência de adesão sobre esmalte e dentina, de 5 agentes cimentantes, usando diferentes

métodos de aplicação. Os cimentos utilizados foram: Linkmax (GC), Nexus 2 (Kerr), Panavia F (Kuraray), RelyX Unicem (3M ESPE) e Variolink II (Ivoclar-Vivadent), utilizados conforme indicado pelos fabricantes. Para alguns agentes foi modificada a maneira de aplicação, resultando em outros 4 grupos experimentais. Prompt L-Pop + RelyX Unicem (3M ESPE), Scotchbond Etchant + RelyX Unicem (3M ESPE), Optibond Solo Plus Activator +Nexus 2 (Kerr) and KEtchant gel + Panavia-F (Kuraray). Os grupos experimentais foram classificados de acordo com a adesão em: self-etching (RelyX), etch-and-rinse (Optibond Solo Plus Activator +Nexus 2, Nexus 2, KEtchant gel + Panavia-F, Scotchbond Etchant + RelyX Unicem e self-etch adhesive luting agents (Linkmax, Prompt L-Pop + RelyX Unicem, Panavia F e Variolink II quando usado em dentina). Os autores concluíram que após um processo de aplicação conforme indicado pelos fabricantes, os agentes de cimentação etch-and-rinse, self-etch e self-adhesive são igualmente eficazes na adesão ao esmalte e dentina. Vários fatores influenciaram negativamente a força de adesão, entre eles: a ausência de condicionamento prévio do esmalte com ácido fosfórico antes da utilização do cimento RelyX Unicem; o condicionamento ácido prévio da dentina antes da utilização do cimento RelyX Unicem; a não fotopolimerização prévia do adesivo antes da cimentação, a utilização de um adesivo fotoativado convertido para uma versão de cura dual, uso de um agente cimentante de cura dual com um baixo potencial de auto-polimerização.

Sander et al. (2009), avaliaram a resistência de união de cimentos resinosos autocondicionantes sobre à dentina. Para isso foram utilizados 2 cimentos autocondicionantes: RelyX Unicem (3M ESPE) (G1) e Maxcem (Kerr) (G2), e um cimento convencional: RelyX ARC (3M ESPE) (G3). Vinte e três molares foram seccionados e desgastados, de modo a obter uma superfície dentinária plana. Cilindros do cimento de cada grupo foram confeccionados e cimentados sobre uma área delimitada da superfície dentinária, sendo os

conjuntos então submetidos a ensaio de cisalhamento. Os valores médios para cada grupo foram (MPa): G1: 7,15 (2,74); G2: 4,15 (1,87); G3: 9,69 (3,02). Foram observadas diferenças estatísticas significativas entre os 3 grupos avaliados, sendo o cimento convencional estatisticamente superior aos demais cimentos. Entre os cimentos autocondicionantes não houve diferença estatística significante.

D'Arcangelo et al. (2009), utilizaram o teste de resistência à microtração (μTBS) para comparar o 4 diferentes sistemas de cimentos duais. Para isso, blocos de resina composta com base cerâmica (RBC) (Enamel-Plus HFO UD3, Micerium, Avegno, Genova, Italy) e discos cerâmicos de leucita (Reflex, Wieland Dental & Technik GmbH & Co, Pforzheim, Germany) foram cimentados sobre à dentina. Quarenta molares recém-extraídos foram seccionados transversalmente para expor superfície de dentina profunda. Quarenta amostras cilíndricas (5 mm de diâmetro e 10 mm de altura), composto por 20 discos de RBC e 20 discos de cerâmica à base de leucita, foram produzidos. Os discos RBC foram jateados com Al_2O_3 (50 micrômetros). Os discos de cerâmica foram condicionados com gel de ácido fluorídrico a 9,5% e aplicação de silano. Todos os discos foram, então, cimentados à superfície da dentina de acordo com os cimentos: dois etch-and-rinse (bond XP / CoreXFlow; Dentsply [XP]) (Enabond / EnaCem HF; MICERIUM [ENA]), um self etch (ED Primer II A + B / Panavia F2.0; Kuraray-Dental [PAN]) e um self adhesive (RelyX Unicem, 3M ESPE [UNI]). A resistência à fratura média em MPa (DP) para os grupos RBC (Co) e cerâmica (Ce) foram: XP-Co = 31,39 (13,51), ENA-Co = 30,93 (10,17), PAN-Co = 18,29 (10,02), UNI-Co = 19,33 (7,91); XP-Ce = 4,83 (1,86), ENA-Ce = 5,15 (1,66), PAN-Ce = 4,36 (1,80), UNI-Ce = 7,16 (2,52). Para os grupos de cerâmica, os grupos XP-Co e ENA-Co não apresentaram diferença estatística entre ambos, porém foram estatisticamente superiores aos demais grupos. Para os grupos RBC, o grupo UNI-Ce apresentou

os maiores valores em relação aos demais grupos. No que diz respeito ao modo de falha, foram encontradas diferenças entre os grupos RBC: para os sistemas etch-and-rinse (XP-Co e grupos ENA-Co), a maioria das falhas foram coesivas, enquanto o sistema self-etch (PAN Co-grupo) e self adhesive (UNI-grupo CO) apresentaram falhas predominantemente adesivas na interface dentina-agente cimentante. Poucas diferenças foram encontradas entre os grupos de cerâmica, em que o tipo de falha foi principalmente adesivo entre cimento e a cerâmica.

Souza et al. (2011), avaliaram o efeito do condicionamento e da termociclagem (TC) sobre a resistência de união (μTBS) entre blocos cerâmicos feldspáticos e cimentos resinosos. Cinquenta e seis blocos cerâmicos feldspáticos (10 x 7 x 5 mm) (Vita Mark II) foram divididos em grupos de acordo com os fatores "cimento resinoso" (3 cimentos) e "condicionamento superficial" (sem condicionamento ou condicionamento [ácido fluorídrico a 10% / 5 min + silanização]) (n = 8): grupo 1: condicionamento + Variolink II (grupo de controle); Grupo 2: sem condicionamento + Biscem; Grupo 3: sem condicionamento + RelyX U100; Grupo 4: sem condicionamento + Maxcem Elite; Grupo 5: condicionamento + Biscem; Grupo 6: condicionamento + RelyX U100; Grupo 7: condicionamento + Maxcem Elite. Os blocos de cerâmica-cimento foram seccionados para produzir amostras de palitos com interface adesiva de 1 ± 0,1 mm^2), que foram divididas em duas condições de armazenamento: seco (imediatamente após o corte) e após termociclagem (12.000 x 5°C / 55°C). O cimento resinoso e a termociclagem afetaram significativamente o μTBS (p = 0,001). No estado seco, o grupo 5 (18 ± 6,5 MPa) apresentou os menores valores de μTBS quando comparado aos demais grupos. A TC reduziu significativamente os valores médios de μTBS (p <0,05) para todos os cimentos testados (22,1 ± 6,3 MPa para 9,7 ± 2,3), com exceção do cimento RelyX U100 (23,5 ± 5,4 para 22,1 ± 6,3 MPa). Nos grupos 3 e 4, não foi possível medir os valores de μTBS, uma vez que estes grupos tiveram

100% de falhas de pré-teste durante o corte. O mesmo ocorreu no grupo 2 após TC. Os autores concluíram que o condicionamento com HF e a silanização da superfície sobre uma cerâmica feldspática são essenciais para adesão independentemente do cimento resinoso utilizado e o não condicionamento da cerâmica feldspática não é recomendada.

Naumova et al. (2016), realizaram um estudo *in vitro,* onde foi comparado a resistência ao cisalhamento (SBS) de diferentes cimentos resinosos ao esmalte humano e à dentina sob diferentes condições de armazenamento. Foram testados cinco cimentos e seus sistemas adesivos: Variolink II (Ivoclair, Schann, Liechtenstein), Multilink Automix (Ivoclair, Schann, Liechtenstein), Panavia F 2.0 (Kuraray, Noritake Dental, Tokyo), RelyX Ultimate Automix (3M ESPE, Seefeld, Germany) e RelyX Ultimate Clicker (3M ESPE, Seefeld, Germany). Os dentes foram embutidos e desgastados a fim de expor o esmalte ou a dentina e em seguida polidos com lixa granulação 600. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Os cilindros de aço V_2A foram jateados com o sistema Rocatec-Plus (3M ESPE) e silicatados, sendo em seguida cimentados sobre as superfícies dentais, com uma força padrão de 20 g/mm^2. Os espécimes foram então armazenados em três condições diferentes: 1) a 36^{o}C e 100% de umidade relativa de em água destilada por 24 h, 2) 36^{o}C e 100% de umidade relativa em água destilada por 24 h seguida de termociclagem 5.000 ciclos, 3) 36^{o}C e 100% de umidade relativa em água destilada por 150 dias, seguido de termociclagem 10.000 ciclos. Realizado o teste μSBS, foram observadas diferenças significativas entre os cimentos resinosos testados, dependendo da superfície do dente. As condições de armazenamento influenciaram a resistência da união, independentemente da superfície do dente, em todos os cimentos testados. A resistência adesiva de todos os cimentos testados ao esmalte é maior do que a das superfícies em dentina. A adesividade

diminui sobre armazenamento em umidade relativa e sob o *stress* hidrotérmico, independentemente da superfície do dente.

Fernandes Jr et al. (2016), descreveram mediante revisão de literatura, os testes mais usados para avaliação da força adesiva *in vitro* de sistemas adesivos ou cimentos resinosos, sobre substrato dental ou superfícies cerâmicas. Os autores concluíram que o teste de microtração demonstra ser o mais utilizado, devido principalmente à menor incidência de falhas coesivas em forças acima de 20 MPa e maior quantidade de corpos-de-prova que são obtidos a partir de um espécime, quando comparados à outros testes. Os mesmos ainda relatam que a maneira mais adequada de se interpretar os resultados achados na literatura, é avaliar a tendência encontrada para maior ou menor adesão e não especificamente a comparação numérica dos resultados.

2.2 Zircônia

O material de infraestrutura mais recente para próteses totalmente cerâmicas consiste em policristais de zircônia tetragonal estabilizada com ítrio (Y-TZP). Esses materiais tiveram inicialmente sua aplicação introduzida para uso biomédico na ortopedia, principalmente para artroplastia total do quadril e tiveram sucesso por causa das excelentes propriedades mecânicas do material e sua biocompatibilidade (Raigrodski, 2004). Na odontologia, o uso de YTZP se iniciou em 1990 para a confecção de pinos pré-fabricados e implantes. Desde então este material tem sido considerado como um material de infraestrutura alternativa ao metal das restaurações metalocerâmicas (Raigrodski, 2004).

Segundo Ichikawa et al. (1992), a zircônia apresenta biocompatibilidade, é bioinerte, possui alta resistência mecânica, estabilidade química, baixa

condutividade térmica e excelente estética, possuindo dentre todas as cerâmicas odontológicas os maiores valores dessas propriedades (Denry, Kelly, 2008), permitindo assim a criação de estruturas de cerâmica antes impossíveis historicamente.

A zircônia (Y-TZP) possui uma resistência que se aproxima do aço (Manicone et al., 2007). Além de sua excepcional resistência à flexão de 900-1200 MPa, o módulo de elasticidade intermediário da zircônia (780 GPa) oferece vantagens em estruturas estratificadas mudando o modo de dano e fratura na camada de revestimento de porcelana em comparação com a prótese de alumina (340 GPa) (Kim JW et al., 2007). Curiosamente, a dureza, sendo uma combinação de módulo de elasticidade e resistência, é menor para zircônia do que para alumina (Lazar et al., 2008). Com propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas, a zircônia (Y-TZP) ampliou as indicações das prótese cerâmicas para próteses parciais fixas de 3 a 4 elementos em qualquer região bucal (Kohorst et al., 2011).

Burke et al. (2002) e Blatz et al. (2004), através de uma revisão de literatura, avaliaram diversos estudos clínicos e laboratoriais sobre diversos sistemas cerâmicos. Os mesmos relatam que a zircônia possui vantagens como: ser bioinerte, biocompatível, ter alta resistência mecânica, estabilidade química e baixa condutibilidade térmica. Porém devido a sua baixa energia de superfície e estabilidade química, confere a esse substrato baixa adesividade após a cimentação adesiva, mesmo mediante os tradicionais tratamentos de superfície com ácidos ou jateamentos seguido de aplicação de *primers*.

Zhang et al. (2004) avaliaram o efeito do jateamento de partículas de Al_2O_3 sobre a 50 μm sobre a resistência flexural de uma cerâmica de alumina e uma de zircônia Y-TZP. Os autores concluíram que apesar do aumento de rugosidade verificado por MEV, a resistência flexural foi significativamente menor nos grupos onde as amostras foram jateadas em relação às que não

passaram por esse processo. Segundo os autores isso se deve à produção de microtrincas estruturais decorrente da abrasão das partículas sobre as superfícies, mesmo com pressão contralada.

Aboushilib (2011) avaliou a resistência adesiva e a qualidade da interface adesiva entre discos de zircônia (Procera Zircônia, Nobel Biocare; Gõteborg, Sweden) e um cimento resinoso dual (Panavia F 2.0, Kuraray; Osaka, Japan). Blocos de resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE; Seefeld, Germany), foram confeccionados e cimentados nos seguintes grupos: 1) Controle; 2) jateamento óxido de alumínio 50 μm a 0.2 MPa a 10 mm por 15 s; 3) Condicionamento por infiltração seletiva, uma mistura composta por 65% de silica, 15% alumina, 10% de óxido de sódio, 5% óxido de potássio e 5% de óxido de titânio. Essa mistura foi aplicada sobre a superfície e levada a uma temperatura de 750^{o}C por 3 minutos, seguida de condicionamento com ácido fluorídrico a 5% e lavagem em ultrassom por 15 minutos. Os conjuntos pós-cimentação foram seccionados e metade dos corpos de prova submetidos a teste de microtração, sendo a outra metade submetida à termociclagem por 10.000 ciclos. O teste de microtração foi realizado imediatamente após a ciclagem e após 4, 26, 52 e 104 semanas de armazenamento em água destilada à 37^{o}C. Houve diferenças significativas nos valores de μTBS entre os 3 grupos avaliados. Após 104 semanas de armazenamento, todos os espécimes do grupo controle apresentaram falha espontânea, enquanto que se observou uma redução significativa na resistência adesiva dos grupos com jateados (21,3 MPa). A resistência adesiva do grupo com infiltração selectiva foi relativamente estável (44,1 MPa) após a conclusão do envelhecimento artificial.

Amaral et al. (2014) investigaram o potencial de novos *primers* e adesivos universais sobre a superfície de zircônia tratada. Para isso discos de zircônia (3 mm x 3 mm x 9 mm) foram tratadas e separados segundo os seguintes grupos (n=90): sem tratamento (C); jateamento com partículas de alumina a 35 μm (S);

jateamento com partículas de sílica a 30 μm com o uso de 2 sistemas (Rocatec ou SilJet) e glazeamento (G). Os grupos C e S foram tratados subsequentemente com 1 dos seguintes primers ou adesivos: ZP (Z-Prime Plus - Bisco), AZ (AZ Primer - Shofu); MP (Monobond Plus - Ivoclar); SU (ScotchBond Universal – 3M) e EA (adesivo experimental – Cuxhaven – Voco). Os grupos jateados foram silanizados antes da cimentação (Monobond Plus – Ivoclar). Os discos foram cimentados com o uso do cimentos Multilink (Ivoclar) sobre discos de resina ceramizadas, sendo em seguida termociclados e submetidas à teste de tração. Os resultados demonstraram que todos os primers e adesivos apresentaram melhores resultados após jateamento. Os melhores resultados foram obtidos sobre os grupos que sofreram jateamento com partículas de sílica não havendo diferença significante entre os grupos Rocatec e SilJet. Os autores concluíram que os adesivos e primers são uma boa alternativa para a adesão sobre a zircônia, porém o jateamento prévio ainda é necessário e que quando realizados com partículas de sílica há uma melhor interação química com o silano.

Com o intuito de determinar se os iniciadores universais sozinhos podem fornecer níveis semelhantes de adesão do cimento resinoso à zircônia quando comparados com a sua aplicação em conjunção com a abrasão de partículas, Pereira et al. (2015), utilizaram 160 blocos de zircônia (Lava, 3M ESPE), embedendo-os em resina acrílica e distribuindo os em 16 grupos, de acordo com o *primer* universal utilizado e se com jateamento ou não. Os grupos foram: 1) CTR: controle, sem aplicação de primer universal; 2) AP: Alloy Primer; 3) MP: Monobond Plus; 4) MZP: Metal Zirconia Primer; 5) MZ: MZ Primer; 6) Sg: Signum Zirconia Bond; 7) SbU: Singlebond Universal; 8) ZP: Z Prime Plus. Os *primers* universais também foram utilizados após jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm, 2.5 bar, 20 s a 10 mm) da zircônia para formar os seguintes 8 grupos: Ctr-A, AP-A, MP-A, MZP-A, MZ-A, Sg-A, SbU-A, and ZP-A. Todos

os espécimes foram armazenados em água destilada (37^{o}C) por 60 dias. Os resultados mostraram que para os grupos sem jateamento, o SbU apresentou valores significantemente superior aos demais. O jateamento aumentou a resistência adesiva de todos os grupos, exceto SbU e MZ. O jateamento diminuiu o ângulo de contato de todos os grupos, exceto para o grupo MZP. Essa diminuição sobre o grupo SbU se deve a uma possível degradação hidrolítica ocorrida sobre o primer durante o período de armazenamento, tornando nula a maior retenção micromecânica que o jateamento produz.

Bagheri et al. (2015), avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência à flexão biaxial (BFS) de sistemas cerâmicos com diferentes fases cristalinas. Discos com 10 mm de diâmetro e 1,3 mm de espessura, foram confeccionados mediante corte de blocos pré-fabricados de 3 tipos de cerâmica: 1 cerâmica a base de dissilicato de lítio (e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein); 1 cerâmica a base de leucita (VITABLOCS Mark II, Vita, Bad Sãckingen, Germany) e 1 cerâmica a base de zircônia (Cercon, DeguDent GmbH, Hanau, Germany). Os discos de dissilicato de lítio e leucita foram testados segundo os seguintes tratamentos de superfície (n=15): 1) após corte (controle), 2) após jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm, 3) após HF a 9,5% por 20 segundos. Já para os discos de zircônia as superfícies foram testadas: 1) após corte e sinterização (controle), 2) após jateamento com partículas de Alumínio 50 μm e 3) após irradiação com laser de Nd;YAG. O BFS médio para as superfícies cortadas (usinadas) foi significantemente maior do que para as superfícies jateadas e com HF, apenas para a cerâmica a base de leucita. A BFS foi significantemente menor após jateamento para o dissilicato de lítio comparado com demais grupos. O jateamento aumentou a BFS para a zircônia, mas diminuiu significantemente após aplicação de laser. Os autores concluíram que a BFS das cerâmicas CAD/CAM, é afetadas pelo tipo de cerâmica e tratamento de superfície. O

jateamento com partículas de alumínio pode prejudicar a resistência das cerâmicas silicatizadas, enquanto o laser de Nd;YAG pode levar a degradação substancial da zircônia, devido à emissão de calor sobre a superfície durante a sua aplicação.

Ozcan e Bernasconi (2015), fizeram uma revisão sistemática da literatura, para analisar o melhor protocolo de adesão sobre a zircônia odontológica. A busca foi realizada na base de dados Medline (Pubmed) entre 01/01/1995 até 01/06/2011, sendo selecionado 177 artigos sobre o assunto. Os autores concluíram que os testes mais usados para essa análise foram o de microcisalhamento e o de microtração, sendo os melhores resultados de resistência adesiva para esses testes, alcançados por trabalhos onde houve uma associação entre um tratamento físico (abrasão por jateamento) e uso de agentes de união (primers, adesivos ou cimentos) com a presença de monômeros fosfatados (MDP) em sua composição.

Arai et al. (2017), avaliaram a resistência adesiva e ângulo de contato de discos de zircônia Y-TZP (Lava, 3M ESPE), jateados com óxido de Alumínio (50 μm a 0,2 MPa por 10 s a 10 mm de distância) e tratados com 3 diferentes tipos de *primers* contendo monômeros fosfatados: um a base de MDP (MD), outro a base de GPDM (GP) e outro a base de Phenyl-P (PP) e um grupo controle (Con). Metade dos grupos experimentais foi limpa com etanol por 2 minutos em ultrassom para remoção de monômeros residuais (e). Os resultados mostraram que para o ângulo de contato, não foi possível mensurar o grupo MD devido a um espalhamento da água, sendo que os grupos GP (24,2 ± 5,6) e PP (33,6 ± 2,7) apresentaram valores significantemente menores em relação ao grupo Con (51,2 ± 3,2). Após a limpeza com álcool o ângulo do grupo MD-e foi de 65,4^{o} (± 3,5), sendo significativamente maior em relação aos demais grupos (GP-e = 54,9 ± 5,0 e PP-e = 49,9 ± 4,0). Para a resistência adesiva os grupos MD e MD-e apresentaram valores significantemente superiores em relação aos

demais grupos. A limpeza com etanol tende a aumentar os valores de cada grupo porém de maneira não significante. Segundo os autores os *primers* a base de MDP possuem uma interação química com os grupos hidroxila presentes nas superfície cerâmicas, Segundo os autores acredita-se haver a capacidade dos monômeros fosfatados em se ligar quimicamente sobre os óxidos metálicos da superfície, resultando em forças secundárias de van der Waals ou ligações de hidrogênio na interface cimento-zircônia.

2.3 Plasma não térmico

Duan et al. (2007), descreveram por meio de revisão de literatura, no que consiste o uso do plasma não térmico de argônio. Por esse artigo os autores explicam o modo de utilização, modo de ação e possibilidades de uso, mostrando desde a variação de tempo de aplicação até a distância do objeto de acordo com as características do mesmo, tudo demonstrado mediante fórmulas, teorias físicas e químicas explicando o processo de ionização que esse gás pode promover. Foi citado também o resultado quando aplicado sobre superfícies, principalmente polímeros, alterando as características principalmente de hidrofilicidade e molhabilidade.

Heinlin et al. (2011), realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de dar uma visão geral das potenciais aplicações do plasma na medicina e resumir as possíveis interações entre o plasma e os tecidos vivos. Após descrever diferentes aspectos e gamas de possíveis aplicações do plasma na medicina, os autores concluíram que, semelhantemente a qualquer outra área de pesquisa emergente e dinâmica, ainda há muita margem para novos estudos e descobertas. Assim eles acreditam que as aplicações do plasma tendem a expandir cada vez mais possíveis indicações, e que irão surgir no contexto da

investigação multidisciplinar, tornando importante a colaboração e sugestões de físicos, biólogos, químicos, engenheiros e médicos para facilitar ainda mais a evolução dessa área. Testes sobre células biológicas, investigações físicas e estudos randomizados com aplicações *in vivo* têm de ser realizados para que se entenda os diferentes mecanismos de interação entre o plasma, células e tecidos vivos, propiciando a criação de equipamentos de plasma com aplicações específicas.

Koban et al. (2011), investigaram se o processo do plasma à pressão atmosférica é capaz de melhorar a capacidade de umedecimento da dentina e hidroxiapatita, assim como, se o aumento da molhabilidade traduz-se em uma maior capacidade de propagação dos osteoblastos. A modificação das superfícies foi realizada com um jato de plasma em hidroxiapatita, marfim de mamute e discos de dentina humanos. Foram utilizadas 3 composições diferentes de gás para o plasma (argônio, argônio + 0.2% oxigênio / argônio + 1% oxigênio) com 3 tempos de aplicação (30, 60 e 120 s). Ângulos de contato da água e propagação de células osteoblastos MG-63 foram medidos antes e depois do tratamento de plasma. Os autores observaram como resultados que os ângulos de contato dos três materiais investigados foram significativamente reduzidos após a aplicação do plasma por 120 segundos, sendo a redução mais eficaz do ângulo de contato observada após 60 ou 120 segundos de aplicação do plasma com a composição de Ar + 1%O_2. Também, a área de células de osteoblastos cultivadas em dentina tratada com plasma de Ar + 1% O_2 foi maior do que nas superfícies de dentina não tratadas ($p < 0,05$).

Chen et al. (2012), realizaram um estudo com o objetivo de revelar a eficácia da aplicação do plasma não térmico de gás argônio na molhabilidade e na modificação de quatro substratos diferentes. Foram preparadas amostras de substratos dentais incluindo dentina, esmalte de terceiros molares recém-extraídos, e de dois compósitos Filtek Z250, Filtek LS Silorane (2 mm de

espessura, 10 mm de diâmetro). As superfícies preparadas foram tratadas durante 5-45 s com o plasma não térmico trabalhando em temperaturas de 36-38^{o}C. Os efeitos de tratamento de plasma sobre estas superfícies foram estudadas com medição de ângulo de contato, espectroscopia de fotoemissão de raio-x (XPS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os autores observaram, como resultados que, a aplicação do plasma não térmico foi muito eficaz na melhoria da hidrofilicidade da superfície dos quatro substratos estudados; valores indicaram que o ângulo de contato decresceu consideravelmente após apenas 5 segundos de tratamento em todos os substratos e após o tratamento de 30 s, os valores foram reduzidos para <5^{o} (ficando perto de um valor para superfícies super-hidrofílicas); análises em XPS indicaram que a percentagem de elementos associados com minerais em dentina/esmalte ou agentes de preenchimento nos compósitos aumentou, além disso, a porcentagem de carbono (% C) diminuiu enquanto a porcentagem de oxigênio (% O) aumentou para todos os quatro substratos. Como resultado, a razão O/C aumentou consideravelmente, sugerindo que as novas unidades polares contendo oxigênio foram formadas sobre as superfícies depois do tratamento de plasma. As imagens de MEV da superfície não indicaram mudanças significativas na morfologia após a exposição ao plasma.

Kim GC et al. (2013), realizaram um estudo para expor as diferentes aplicações do plasma não térmico com base na literatura. Primeiramente, foram descritas doenças orais comumente encontradas clinicamente e seus tratamentos convencionais. Os autores também exploraram as aplicações de materiais clareadores dentais devido ao seu uso constante em casos de busca de estética. Em seguida, foram expostos diferentes estudos que mostram a eficácia do plasma não térmico em diversos aspetos clínicos, como: eliminação de bactérias cariogênicas, diminuição de biofilmes dentais, redução de bactérias que causam falhas nos tratamentos endodônticos, controle da coagulação sanguínea e

melhora efetiva na qualidade do procedimento de clareamento dental. Os autores concluíram que devido às características de facilidade de aplicação nos tecidos orais (visível a olho nu), alta eficiência bactericida e exposição que não afeta o tecido humano, o uso do plasma atmosférico não térmico, é adequado para o tratamento de doenças orais.

Hoffmann et al. (2013), descreveram mediante revisão de literatura as possibilidades de uso de plasmas não térmicos na biomedicina, incluindo a odontologia, podendo o mesmo ser dos seguintes gases: hélio, argônio, nitrogênio, e ar, sendo cada um desses indicado para uma determinada finalidade dependo da área a ser tratada. Na odontologia, estudos foram realizados para investigar o efeito antimicrobiano na remoção de biofilmes dentais e para erradicar patógenos orais. Segundo os autores, foram encontrados estudos, mas sem grande resultado associando o plasma com clareamento dental, porém uma boa ação a nível celular, causando apoptose, necrose e desprendimento celular, interrompendo a fase S de replicação de células tumorais, abrindo assim um potencial de uso na oncologia.

Valverde et al. (2013), avaliaram a característica química, os níveis de energia superficial (SE) e a resistência adesiva (μTBS) antes e após aplicação de plasma não térmico atmosférico (NTP), sobre discos zircônia Y-TZP, associando a diferentes métodos de tratamento de superfície. Vinte e quarto discos Y-TZP (Lava Frame, 3M ESPE, St. Paul, MN) (13,5 mm x 4 mm) foram obtidos, tendo a mesma quantidade e dimensões em resina composta (Z-100). Todos os discos foram polidos e divididos em 8 grupos (n=3): 4 controles (sem NTP) e 4 experimentais (com NTP por 10 s) (P). Todos os grupos receberam algum tratamentos prévio de superfície antes da cimentação, que foi realizada com o cimento resinoso RelyX Unicem (3M ESPE): jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm (0,55 MPa / 10 s) (SB), clearfill ceramic primer (Kuraray, Okayama, Japan) (MDP), jateamento + MDP (SMDP) e sem

tratamento (B). Os resultados demonstraram aumento de íons O e diminuição do elemento C após a aplicação de plasma não térmico. A fração polar aumentou para os grupos BP e SBP. Os valores de resistência adesiva dos grupos com aplicação plasma BP (21.3 MPa), SBP (31 MPa), MDPP (30.1 MPa), e SBMDPP (32.3 MPa) foram significantemente maiores em relação aos sem a aplicação B (9.1 MPa), SB (14.4 MPa), MDP (17.8 MPa) e SBMDP (24.1 MPa). Os autores concluíram que a diminuição do elemento C e o aumento de íons O elevaram a energia de superfície e consequentemente à fração polar, o que resultou no aumento nos valores de μTBS da zircônia Y-TZP.

Murakami et al. (2013), descreveram a cinética química que ocorre sobre superfícies estáveis após a aplicação de plasma não térmico de oxigênio/hélio, variando a umidade relativa do ar. Os autores descrevem a cinética físico-química do processo que ocorre na interação dos átomos reativos do gás ionizado, com uma superfície, mesmo as que possuem grande estabilidade química. Segundo os autores a interação de íons e elétrons do plasma e a micro atmosfera em torno da zona de tratamento com a superfície da amostra, quebram as ligações fracas estabilizadas, promovendo a formação de grupos polares para uma futura nova ligação. Os autores relataram também que esse processo não gera uma influência significante com as variações de umidade atmosférica.

Canullo et al. (2014), verificaram a influência da limpeza superficial do plasma não térmico de argônio sobre a resistência adesiva (SBS) entre a superfície de uma zircônia Y-TZP e uma cerâmica de cobertura. Para isso as amostras de zircônia foram divididos nos seguintes grupos: (1) sem tratamento; (2) com aplicação de plasma de argônio por 375 s; (3) aplicação de plasma de argônio por 750 s. Para esses grupos foram criados outros 2 subgrupos: (A) com aplicação de cerâmica de revestimento; (B) sem a aplicação de cerâmica de revestimento. Os resultados demonstraram que a resistência adesiva sobre os grupos com aplicação de plasma foram significativamente maiores em relação

aos demais. Segundo os autores uma possível explicação seria o aumento da molhabilidade e o potencial de remoção de resíduos de hidrocarbonetos da superfície da zircônia, após a aplicação do plasma. Os autores concluíram que, para a zircônia a aplicação de plasma de argônio sobre a superfície, resulta na não necessidade de uso de cerâmicas de revestimento antes da aplicação de cerâmicas de cobertura.

Lopes et al (2014), avaliaram a influência sobre o ângulo de contato após aplicação de plasma não térmico de argônio sobre a superfície de 2 sistemas de blocos de zircônia dentais (Katana, Kuraray Noritake Dental e Lava, 3M ESPE). As aplicações foram feitas por 1 minuto com distância de 20 mm e as medições foram feitas imediatamente e a cada 1 hora até um total de 10 horas sobre 7 amostras, sendo uma de cada grupo analisado após 40, 50, 60 e 70 horas. Todos os grupos obtiveram diminuição significante do ângulo de contato após a aplicação do plasma, porém houve retorno à situação inicial nos grupos Katana após 15 h e nos grupos Lava após 5 h. Segundo os autores isso se deve à criação de novos grupos polares reativos, como oxigênio e nitrogênio, na superfície após aplicação e o maior tempo de manutenção desses por parte do grupo Katana ao longo do tempo devido a maior porcentagem de óxidos não sinterizados, o que torna essa superfície mais porosa.

Kim JH et al. (2014), realizaram um estudo com o objetivo de fornecer um conhecimento básico sobre o plasma através de uma revisão narrativa de suas aplicações na odontologia. Para rever as aplicações do plasma na odontologia, foi feita uma busca eletrônica no PubMed, Scopus e Google acadêmico até dezembro de 2012. Isto foi seguido por uma extensa busca utilizando listas de referências de artigos relevantes. Os autores observaram que houve tentativas de aplicar a tecnologia do plasma em várias áreas de odontologia, incluindo modificações de superfície de implantes dentários, adesão a substratos dentais, tratamento de cáries, tratamento endodôntico e

clareamento dental. Embora muitos estudos estivessem em estágios iniciais, foi demonstrado o potencial valor do plasma em diversas aplicações dentárias. Assim, para ampliar a gama de aplicações do plasma e realizar uma investigação relevante para o seu uso prático, a pesquisa interdisciplinar contínua com a participação de profissionais de odontologia torna-se necessária.

Noro et al. (2015), avaliaram, mediante resistência adesiva por cisalhamento, a influência da aplicação de plasma atmosférico, raios ultra-violeta e primer sobre a superfície de discos de zircônia Y-TZP, com o intuito de melhorar a hidrofilicidade superficial e consequentemente a adesividade. Discos de 13 mm de diâmetro de zircônia Y-TZP (TZ-3YB-E, Tosoh, Tokyo, Japan), foram preparados com 2 mm de espessura e jateadas com partículas de óxido de alumínio a 50 μm por 20 s com 1 cm de distância. Após limpeza em ultrassom as amostras foram divididas em 3 grupos: irradiação com plasma atmosférico por 10 s (NJZ-2820, Nagano Japan Radio Co., Ltd a 4 mm de distância taxa de fluxo 6 L/min); tratamento com UV por 60 s (BioForce Nanosciences, Stockholm, Sweden 19mW/cm^2; aplicação de *primer* para cerâmica (Kuraray Noritake Dental, Primer, Tokyo, Japan) e sem tratamento (controle). Sobre essas superfícies foram aplicados 2 tipos de adesivo: Clearfil Protect Bond (CPB) e Clearfil S Bond Plus (SBP) (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan). Os resultados mostraram que não houve diferença significante entre os 4 tipos de tratamento de superfície. O plasma aumentou significantemente a resistência adesiva com o adesivo SBP. Não houve diferença significante em relação ao ângulo de contato para os grupos analisados e em relação a presença do jateamento. O autor concluiu que mesmo com a diminuição do ângulo de contato causado pelos tratamentos superficiais, este não foi significante, não contribuindo assim para o aumento da molhabilidade desse material. O uso de *primer* não influenciou a molhabilidade superficial devido à ausência de sílica nesse substrato.

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar a resistência adesiva, rugosidade de superfície, ângulo de contato e espectofotometria da superfície de uma zircônia Y-TZP, após tratamentos convencionais e experimentais associado ao plasma não térmico de argônio.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Preparo dos espécimes

Dez blocos eMax ZirCad (Ivoclar, Schann, Liechtenstein) foram seccionados por meio da cortadeira Labcut 1010 (Extec, Enfield, CT, USA) em 4 porções de 14,5 x 15,5 x 4 mm, que após sinterização resultaram em 39 fatias de 12 x 11 x 3 mm. Os mesmos foram polidos em politriz com discos de lixa de carboneto de silício (Extec Corp., Enfield, CT, EUA) de granulação 600 e 800 a 300 rpm sob refrigeração com água. As superfícies das fatias foram submetidas a diferentes tratamentos antes da cimentação, e previamente aos ensaios mecânicos de resistência de união, análise da rugosidade superficial, ângulo de contato e espectofotometria de superficie.

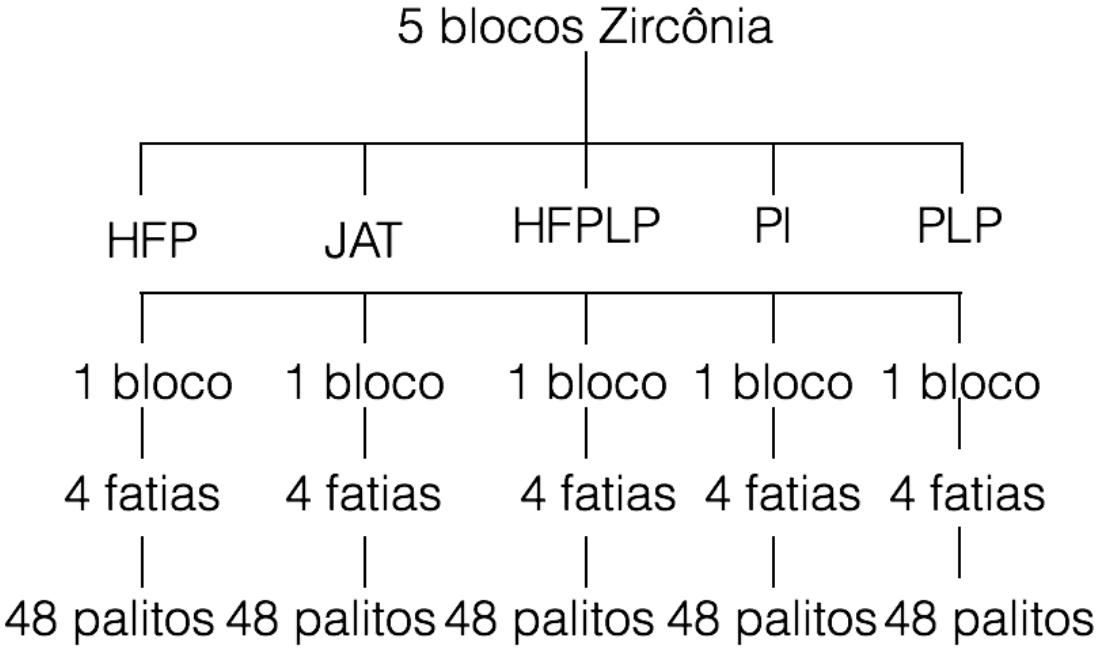
Para ensaio de microtração, 20 fatias, foram divididos em 2 grupos controle: e 3 experimentais, conforme descrição e fluxograma (Figura 1) abaixo:

- Grupos JAT: jateamento com Óxido de Alumínio e Sílica + Primer: jateamento com partículas de óxido de alumínio envolvidas por sílica (Rocatec-Plus - 3M ESPE, Seefeld, Germany), 110 μm a 2,5 bars de pressão por 10 s e aplicação de *primer* Monobond Plus (Ivoclar, Schann, Liechtenstein) com o aguardo de 1 minuto;
- Grupos HFP: ácido fluorídrico a 10% (1 min) + Primer: aplicação de ácido fluorídrico a 10% (Dentsply), por 1 minuto, sendo em seguida lavados com spray de ar/água por 1 minuto, limpos por uma camada de ácido fosfórico (Condac, FGM, Joinville, SC, Brasil) a 37% por 1 min, lavados novamente com spray ar/água 30 segundos, secos com spray de

ar por 1minuto e aplicação de *primer* Monobond Plus com aguardo de 1 minuto;

- Grupo PL: plasma: aplicação de plasma não térmico de argônio por 1 minuto a 10 mm de distância;
- Grupo PLP: plasma + Primer: aplicação de plasma não térmico de argônio por 1 minuto a 10 mm de distância e aplicação de primer Monobond Plus;
- Grupo HPLP: ácido fluorídrico a 10% (1 min) + Plasma + Primer: aplicação de ácido fluorídrico a 10% (Dentsply), por 1 minuto, sendo em seguida lavados com spray de ar/água por 1 minuto, limpa por uma camada de ácido fosfórico (Condac, FGM, Joinville, SC, Brasil) a 37% por 1 minuto, lavado novamente com spray ar/água 30 segundos, secados com spray de ar por 1 minuto, aplicação de plasma não térmico de argônio por 1 minuto a 10 mm de distância e aplicação de *primer* Monobond Plus.

Figura 1 – Fluxograma com distribuição dos grupos para microtração



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os blocos de cada grupo foram submetidos à cimentação sobre blocos, previamente confeccionados, em resina Filtek Z350 (3M, St Paul, MN, USA), mediante o uso de cimento resinoso Multilink N (Ivoclair, Schann, Liechtenstein). A descrição dos produtos utilizados nessa pesquisa se encontra no quadro 1.

Quadro 1 – Descrição dos produtos utilizados

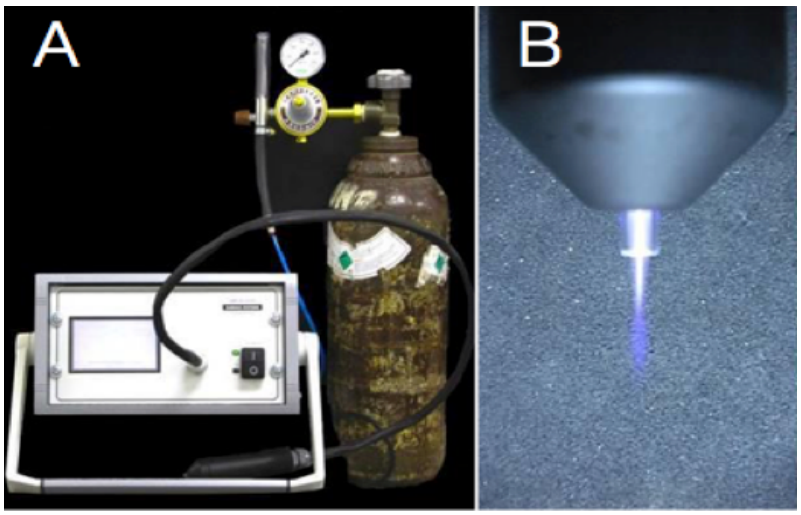
Fabricante	**Produto**	**Composição Química**	**Intruções do Fabricante**
Multilink N	Cimento resinoso autopolimerizável	Dimetacrilato, HEMA e partículas inorgânicas	Porções iguais da pasta base e catalizadora. Obter mistura homogênea. Aplicar na peça. Aguardar 8 min após cimentação.
Monobond Plus	Universal Primer	Álcool, metacrilato de sulfeto, MDP, Y-MPTS	Aplicar uma gota sobre a superfície, aguardar 60 s e aplicar spray de ar por 5 s.
Z 350	Resina composta	BisGMA, BisEMA, UDMA, TEGDMA, nanopartículas de zircônia/sílica	Inserir incrementos de 2 mm. Fotopolimerizar cada incremento por 20 s.
Condicionador de porcelanas	Ácido Fluorídríco	Ácido Fluorídríco a 10%	Aplicar sobre a superfície de zircônia por 1 min, lavar por 1 min e secar com spray de ar.
Condac	Ácido fosfórico	Ácido fosfórico a 37%	Aplicar sobre a superfície por 1 min, lavar e secar com spray de ar.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Uso do Plasma não Térmico

O equipamento utilizado foi o Plasma de Superfície modelo SAP para aplicação em laboratório (Surface – Engenharia e Soluções de Plasma LTDA, Campinas, SP, Brasil) (Figura 2), a temperatura ambiente (22°C). Foi empregado o gás argônio a uma taxa de fluxo de massa de 1l/minuto. (Praxair 4.8, White Martins Gases Ind. S. A., Rio de Janeiro, RJ, Brasil), que gera um facho de emissão de plasma de 20 mm de comprimento. O bocal da cânula de emissão do plasma foi colocado a uma distância de 10 mm das superfícies que receberam o tratamento. O tempo de exposição foi de 1 minuto para as superfícies da zircônia. O plasma foi incidido verticalmente à superfície no ato da aplicação e o facho movimentado sobre a área a ser tratada.

Figura 2 – Equipamento do plasma não térmico

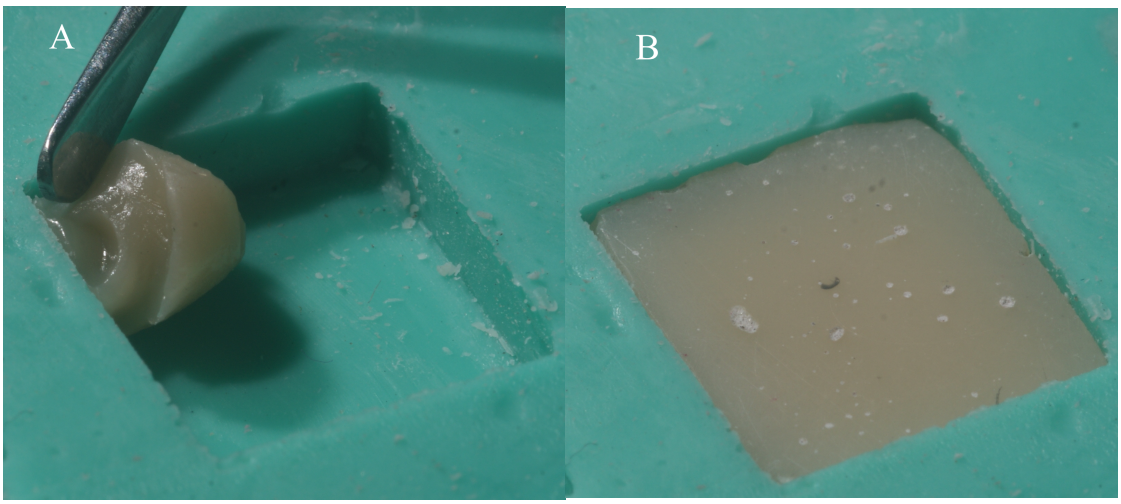


Legenda: A) Equipamento do plasma de superfície modelo SAP; B) Aspecto da chama do plasma no momento próprio para aplicação.
Fonte: Lucas Franco Teixeira.

4.3 Cimentação

Blocos de resina composta foram confeccionados previamente baseados em uma matriz de silicone (Figura 3 A-B) realizada a partir da duplicação dos blocos (fatias) de zircônia. Sobre essa matriz incrementos de 2mm de resina composta Filtek Z350 (3M, St Paul, MN, USA) A3 foram inseridos e fotopolimerizados por 20s (recomendações do fabricante – Tabela 1) com aparelho LED (Radii-cal, SDI Dental Limited, Victoria, Austrália) com uma irradiância de 1200 mW/cm^2.

Figura 3 – Matriz para confecção dos blocos de resina composta

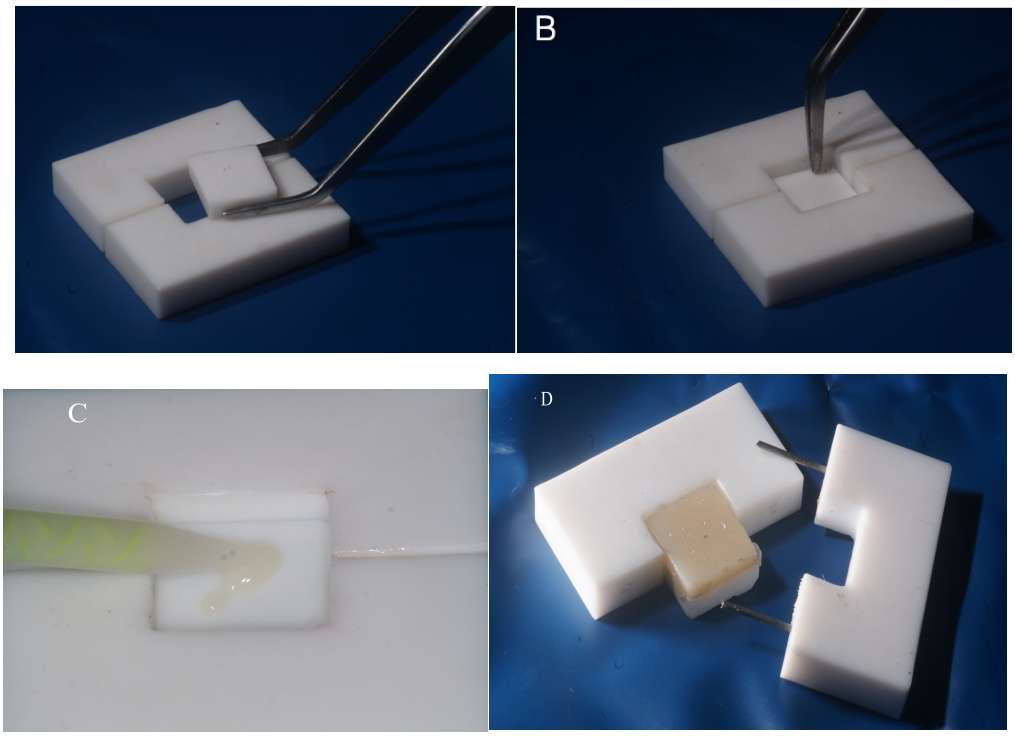


Legenda: A) Incremento de resina composta depositada sobre a matriz; B) Incremento final depositado e fotopolimerizado.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Após tratamento de superfície da zircônia, conforme descrito anteriormente, os blocos foram acomodados em dispositivo para cimentação (Figura 4 A-D), onde o cimento resinoso autopolimerizável Multilink N (Ivoclar, Schann, Liechtenstein) foi manipulado mediante uso de seringas automix na proporção de 1:1 e aplicado sobre toda a superfície, sendo

homogeneizado com uso de espátula de inserção. Logo em seguida os blocos de resina composta foram acomodados no dispositivo de cimentação e travados em posição coincidente com a superfície do dispositivo mediante o uso de uma placa de vidro. O excesso de cimento se escoou por meio das canaletas laterais do dispositivo de cimentação, sendo aguardados 8 minutos para a sua completa polimerização.

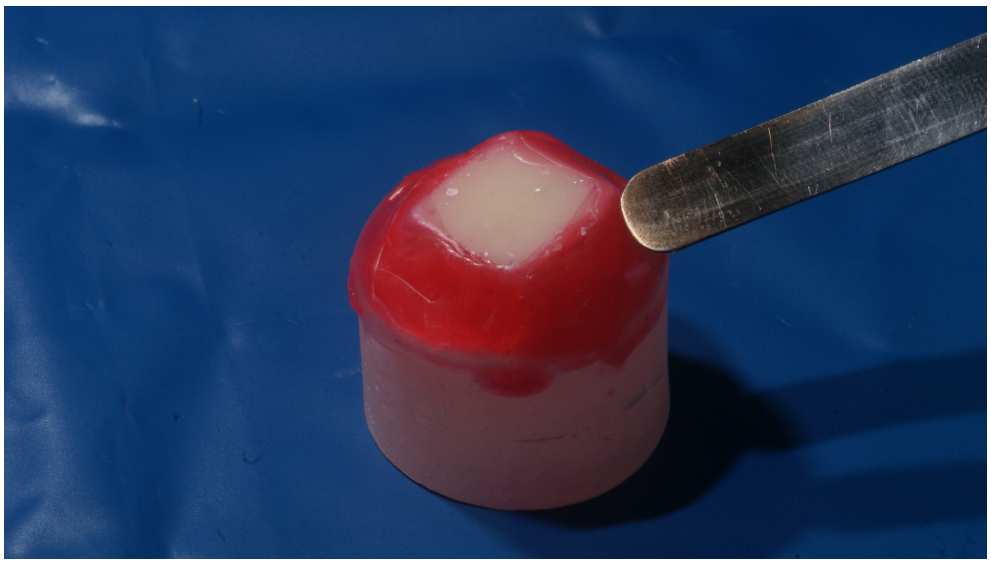
Figura 4 – Dispositivo para cimentação



Legenda: A) Dispositivo para cimentação; B) Bloco de zircônia acomodado sobre o dispositivo; C) Cimento inserido sobre a superfície da zircônia; D) Visão do conjunto pós cimentação.
Fonte: Elaborado pelo autor

Após o armazenamento de 48 horas em estufa a 37°C, os conjuntos resina/zircônia, foram fixados em uma base de resina acrílica RAAQ (2,5 cm de diâmetro x 2 cm de altura), com cera utilidade ao redor de todo o conjunto (Figura 5).

Figura 5 – Base de resina para fixação dos conjuntos em cera



Fonte: Elaborado pelo autor.

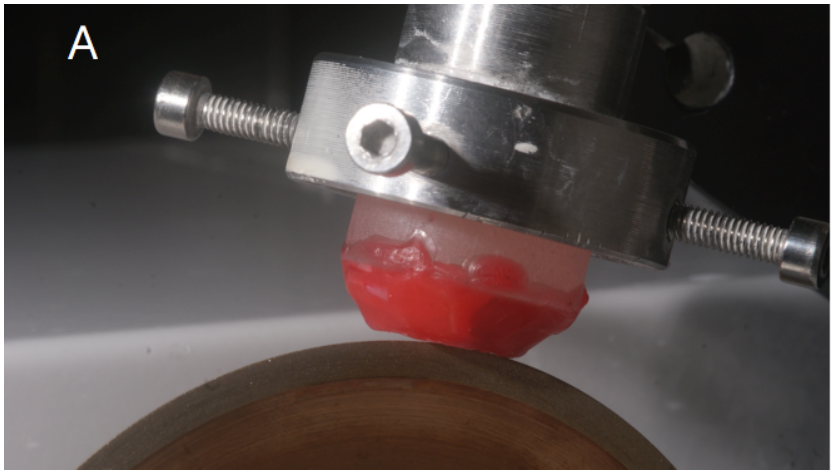
4.4 Teste de microtração

Os conjuntos fixados sobre a base de resina acrílica, foram posicionados na cortadeira Labcut 1010 (Extec Corp., Enfield, CT, EUA) para a realização de cortes paralelos no longo eixo do conjunto (Figura 6), em baixa velocidade e sob refrigeração abundante com água. Após as secções de, aproximadamente, 1mm de espessura , foi aplicado uma pequena porção de alginato espatulado com água nos espaços obtidos, assegurando que os palitos não saíssem de posição durante os cortes perpendiculares aos anteriores. Depois, os palitos de resina-zircônia (36 a 48 para cada grupo) ficaram armazenados em tubos identificados (vol. 2 mL) do tipo Eppendorf (Eppendorf, São Paulo, SP, Brasil), em estufa 37°C, por 24 h antes do teste de resistência adesiva (microtração). Previamente ao ensaio de microtração, a área de todos os palitos foi medida com um paquímetro digital (Starrett Indústria e Comércio Ltda., Itu, SP, Brasil). Em seguida, cada palito foi fixado pelas extremidades, com cola de cianoacrilato em gel (Loctite 454,

Henkel Ltda., São Paulo, SP, Brasil), no dispositivo metálico OD03d (Odeme Equipamentos Médico e Odontológicos Ltda., Joaçaba, SC, Brasil). O conjunto (espécime/dispositivo) foi acoplado à máquina de ensaio universal (DL-200MF, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com célula de carga de 10 kg (Figura 7 A-B), à velocidade de 1mm/minuto, segundo as normas descritas na ISO/TS 11405 (2003). No momento da fratura o ensaio foi interrompido automaticamente (Figura 8 A-B).

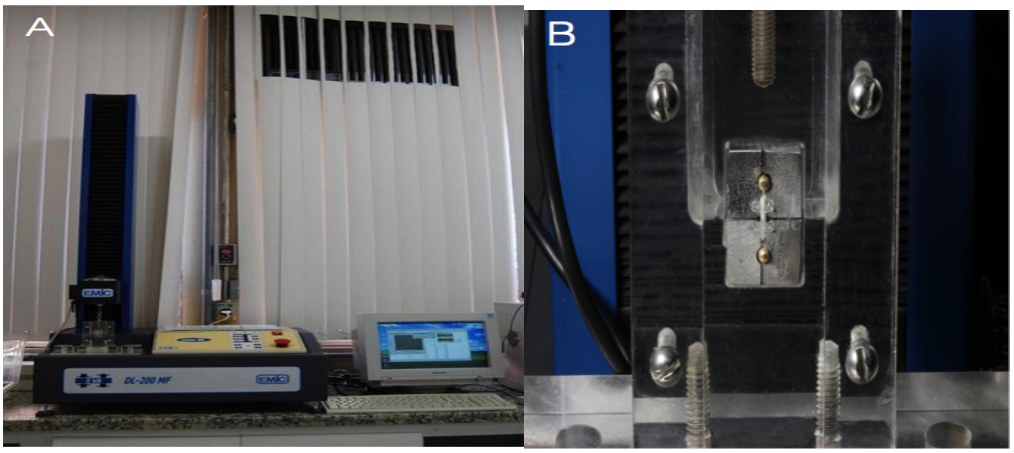
Os resultados foram submetidos à análise estatística ANOVA one-way seguido do teste de Tukey com significância de 5%.

Figura 6 – Fixação dos conjuntos para cortes dos palitos



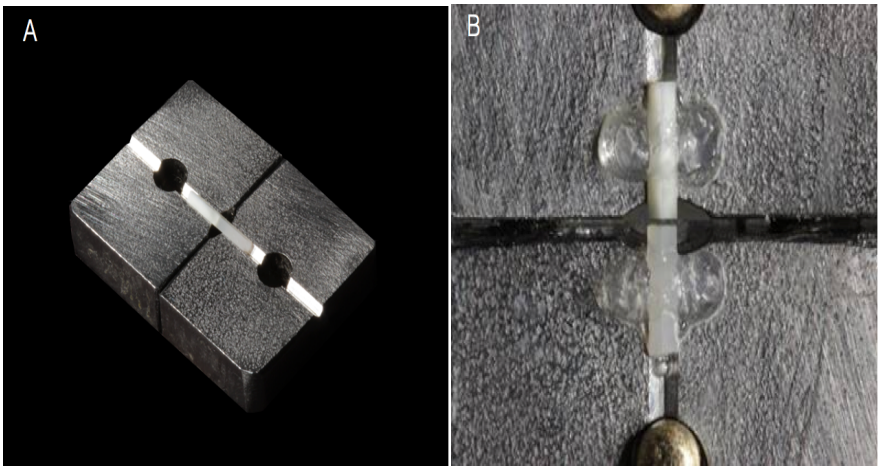
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 7 – Equipamento de ensaio universal (EMIC)



Legenda: A) EMIC; B) Dispositivo para fixação dos palitos acomodado sobre a EMIC.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 8 – Palito fixado sobre dispositivo para ensaio de microtração



Legenda: Palito sobre o dispositivo para ensaio de microtração antes (A) e após o ensaio (B).
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.5 Análise das fraturas

Após ensaio de microtração, as duas porções do corpo-de-prova foram avaliadas no estereomicroscópio quanto ao padrão de fratura, de acordo com o tipo de falha. As fraturas foram classificadas em (Cavalcanti et al., 2007):

a) adesiva: quando a falha ocorreu na interface cimento-zircônia em mais de 75% da área analisada;
b) coesiva em zircônia: quando a falha ocorreu no interior da zircônia, em mais de 75% da área analisada;
c) coesiva em resina: quando a falha ocorreu no interior da resina composta em mais de 75% da área analisada;
d) mista: quando não houve predominância maior que 75% de qualquer tipo de falha.

4.6 Rugosidade superficial

Para a medição da rugosidade superficial, foram empregadas 4 fatias de zircônia, divididas em 4 grupos:

- sem tratamento (AV);
- com ácido fluorídrico a 10% por 1 minuto (AHF);
- com aplicação de plasma não térmico (AP);
- com jateamento com óxido de alumínio e sílica (AJ).

As amostras foram analisadas no Instituto de Estudos Avançados (IEAv), por meio de um Interferômetro de luz branca NewView 200 (Zigo, Middelfield, USA) (Figura 9). Foram feitas 5 medidas em regiões diferentes de cada amostra, onde os valores de Ra obtidos foram analisados estatisticamente.

Figura 9 – Equipamento para análise da rugosidade superficial (interferômetro NewView 200)



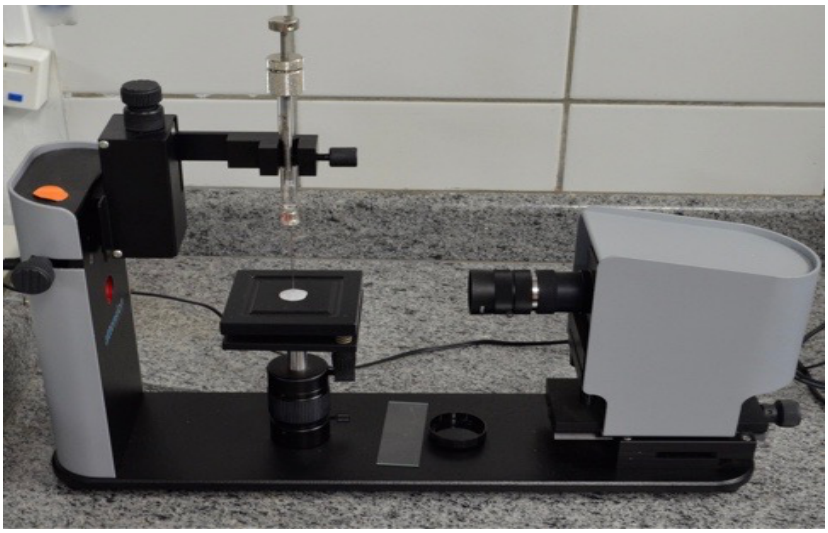
Fonte: Artisan Technology Group, 2017.

4.7 Mensuração do ângulo de contato

Para a medição do ângulo de contato, 12 fatias foram divididas nos mesmos 4 grupos usados na rugosidade superficial (AV, AHF, AJ e AP). Para a mensuração do ângulo de contato uma gota de água destilada (aproximadamente 10 μL) foi gotejada à temperatura ambiente sobre a superfície de cada um das

fatias de zircônia, após tratamento de superfície de cada grupo e seu contato registrado utilizando um goniômetro (TL100; Attension) (Figura 10). A gravação foi realizada em 12 frames por s, sendo o tempo total de gravação 15 s a partir do primeiro toque da gota, porém a análise do ângulo de contato começou a ser realizada após 3 s, para que a gota tivesse tempo de se assentar nesse período. Esse processo foi repetido 3 vezes sobre cada amostra de cada grupo, a fim de se obter uma média por amostra, tendo uma amostra de cada grupo analisada imediatamente após o tratamento de superfície, após 12 horas e após 24 horas.

Figura 10 – Equipamento para mediação do ângulo de contato (Goniômetro TL100 Attension)



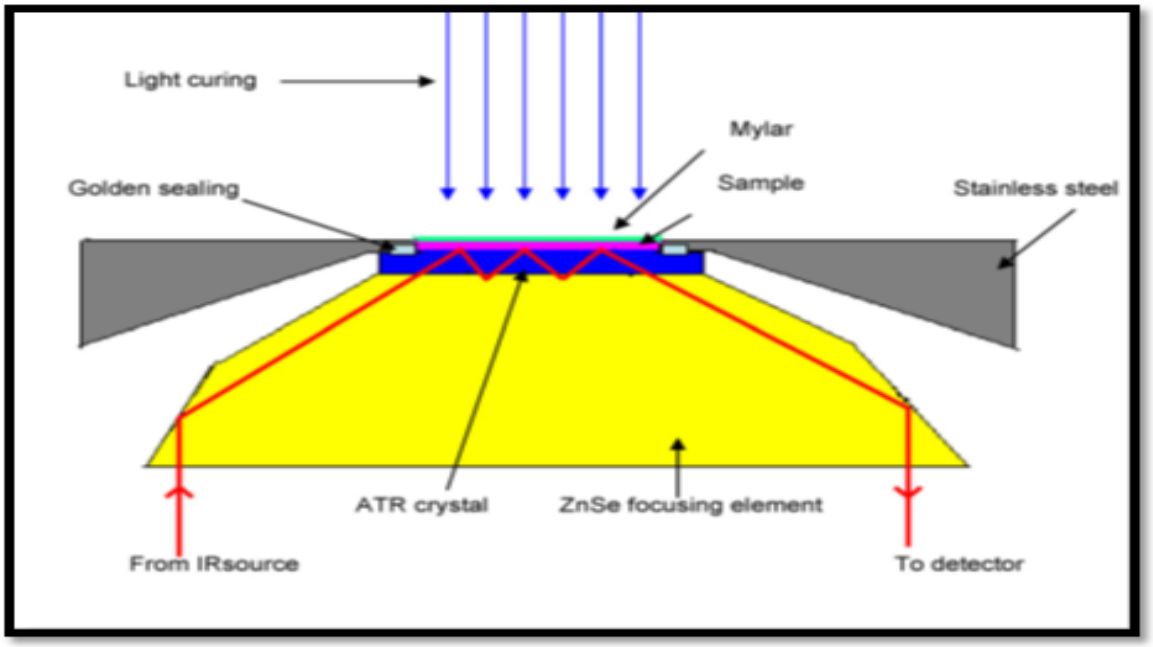
Fonte: Elaborado pelo autor.

O ângulo de contato foi calculado bilateralmente pela equação de Young-Laplace usando o software OneAttension.

4.8 Espectroscopia por infravermelho (FTIR)

Com o objetivo de determinar a caracterização de ligações químicas da superfície da zircônia, três amostras foram separadas segundo os seguintes tratamentos: sem tratamento (AV), com jateamento (AJ) e com aplicação de ácido fluorídrico seguido de plasma não térmico de argônio (AHFP). As amostras foram avaliadas por meio de um Espectrofotômetro Frontier (Perkin Elmer, Waltham, Massachusetts, EUA) (Figura 13) na região de 400-550 cm^{-1}, resolução 4 cm^{1} ganho 30 varreduras. As amostras em fatias de zircônia foram depositadas sobre o cristal ATR do equipamento FTIR, conforme esquema da figura 11.

Figura 11 – Esquema do posicionamento da amostra no FTIR



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.9 Planejamento estatístico

4.9.1 Planejamento experimental

Para a resistência adesiva, a variável experimental foi o tratamento de superfície da zircônia: HF + primer; jateamento; aplicação de plasma; aplicação de plasma + primer e HF + aplicação de plasma + primer. Para avaliação da rugosidade de superfície e ângulo de contato: amostra sem tratamento; amostra com ácido fluorídrico a 10% por 1 minuto; amostra com aplicação de plasma não térmico e amostra com jateamento com óxido de alumínio e sílica.

A variável resposta foi o valor, em MPa, obtido no teste de resistência adesiva de união à microtração, e Ra em μm no teste de rugosidade superficial. A unidade experimental foram os conjuntos zircônia/cimento/resina composta (n=3), obtidos após a cimentação e utilizados no teste de resistência adesiva. Para o teste de rugosidade, foram empregados fatias de zircônia com 5 pontos de mensuração (n=5). Para mensuração do ângulo de contato, foram feitas 3 gotejamentos sobre cada amostra (n=3). Para a espectroscopia 1 amostra de cada grupo teve sua superfície analisada. Os blocos preparados foram aleatoriamente designados às condições experimentais.

4.9.2 Hipóteses de nulidade

a) H0a – o tratamento com plasma não térmico, na superfície da zircônia, antes da cimentação, não resulta em influência significante na

resistência de união;

b) H0b - o tratamento com plasma não térmico, na superfície da zircônia, antes da cimentação, não resulta em influência significante sobre a rugosidade superficial;
c) H0c - o tratamento com plasma não térmico, na superfície da zircônia, antes da cimentação, não resulta em influência significante no ângulo de contato.

4.9.3 Análise de dados

Para a análise estatística, foi calculada uma média dos espécimes (palitos) testados de cada conjunto zircônia/cimento/resina composta. Os dados foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: Minitab (versão 16.1, Minitab, 2010 e Statística) (versão 9.1, StatSoft, 2010).

A estatística descritiva consistiu no cálculo das médias e desvio padrão. A estatística inferencial consistiu nos testes: análise de variância (ANOVA) sob 1 fator (tratamento de superfície da zircônia) e teste de Tukey com nível de significância de 5% ($p< 0,05$), para verificar as diferenças estatisticamente significantes entre as condições experimentais. Essa mesma análise foi feita para a rugosidade superficial.

Para o ângulo de contato foi utilizado análise de variância (ANOVA) sob 2 fatores (tratamento de superfície da zircônia e tempo) com teste de Tukey com nível de significância de 5% ($p< 0,05$).

5 RESULTADOS

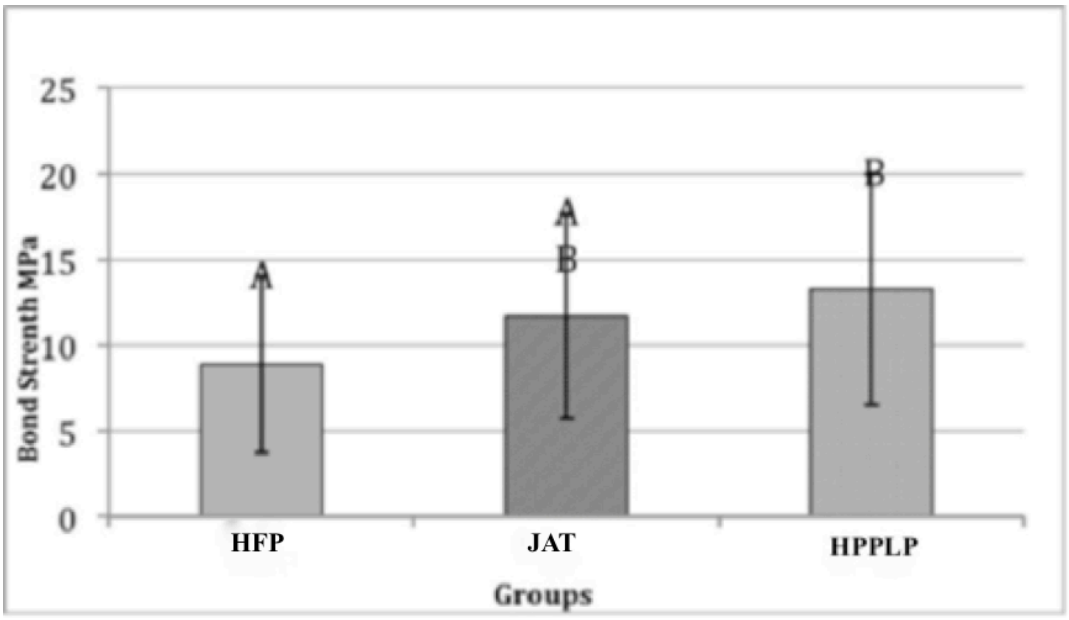
A análise estatística dos resultados obtidos será apresentada em cinco tópicos: resistência adesiva, modo de fratura, rugosidade superficial, ângulo de contato e espectroscopia por infravermelho.

5.1 Resistência adesiva

Os grupos PL e PLP, como apresentaram falha adesiva durante os cortes dos conjuntos cimentados, tiveram seus resultados excluídos da análise estatística da resistência adesiva.

A figura 12 apresenta os valores da média e desvio padrão dos 3 grupos analisados.

Figura 12 – Gráfico com os valores das médias e desvio padrão para resistência adesiva



Legenda: (HFP): ácido fluorídrico + primer; (JAT): jateamento + primer; (HFPPl): ácido fluorídrico + plasma + primer.
Fonte: Elaborado pelo autor.

A tabela 1 contém os resultados do teste de Tukey para os grupos com diferentes tratamentos de superfície da zircônia em relação à resistência adesiva.

Tabela 1 – Resultado de teste de Tukey para resistência adesiva

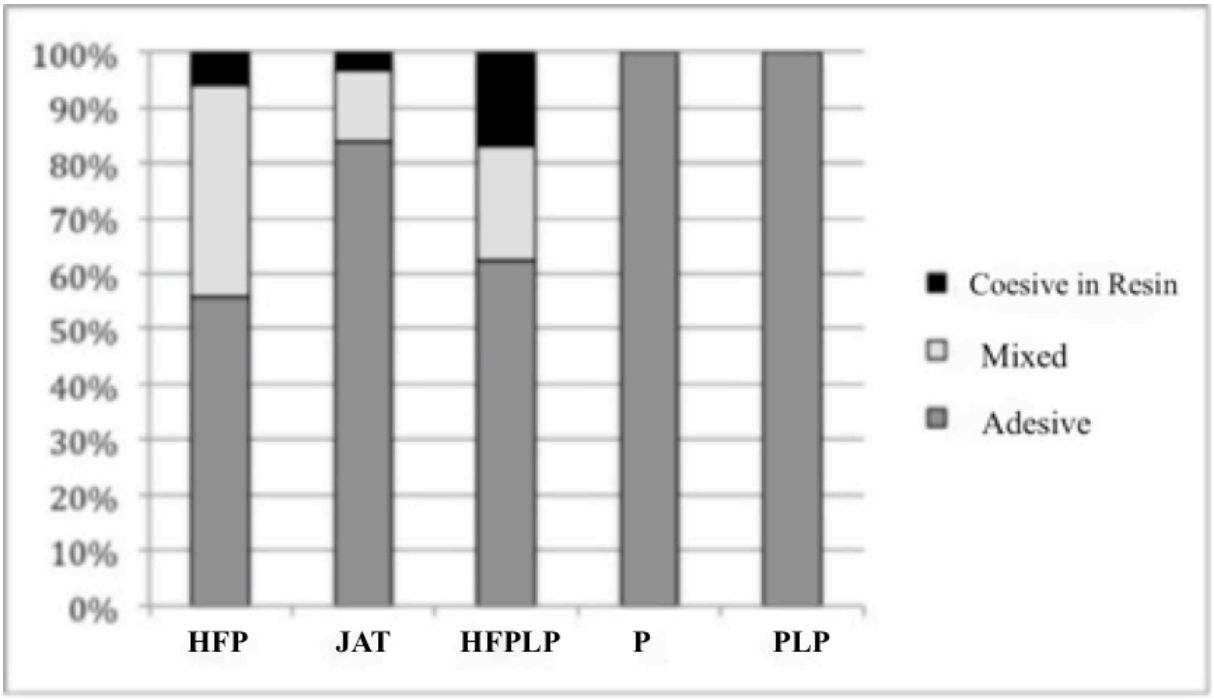
TRATAMENTO	MÉDIA (MPa) ± DP	GRUPOS HOMOGÊNIOS
HFP	8,88 ± 5,15	A
JAT	11,69 ± 5,97	AB
HFPLP	13,26 ± 5,75	B

Legenda: (HFP): ácido fluorídrico + primer; (JAT): jateamento + primer; (HFPLP): ácido fluorídrico + plasma + primer.
Fonte: elaborado pelo autor.

5.2 Modo de fratura

Com relação aos tipos de fratura encontrados nos diferentes grupos obtivemos em todos os grupos predomínio de falha adesiva (HFP - 55.7%) (JAT - 83,8%) (HFPLP – 62,5%) (PL – 100%) (PLP – 100%) (Figura 13).

Figura 13 – Gráfico com as porcentagens dos tipos de fratura de cada grupo

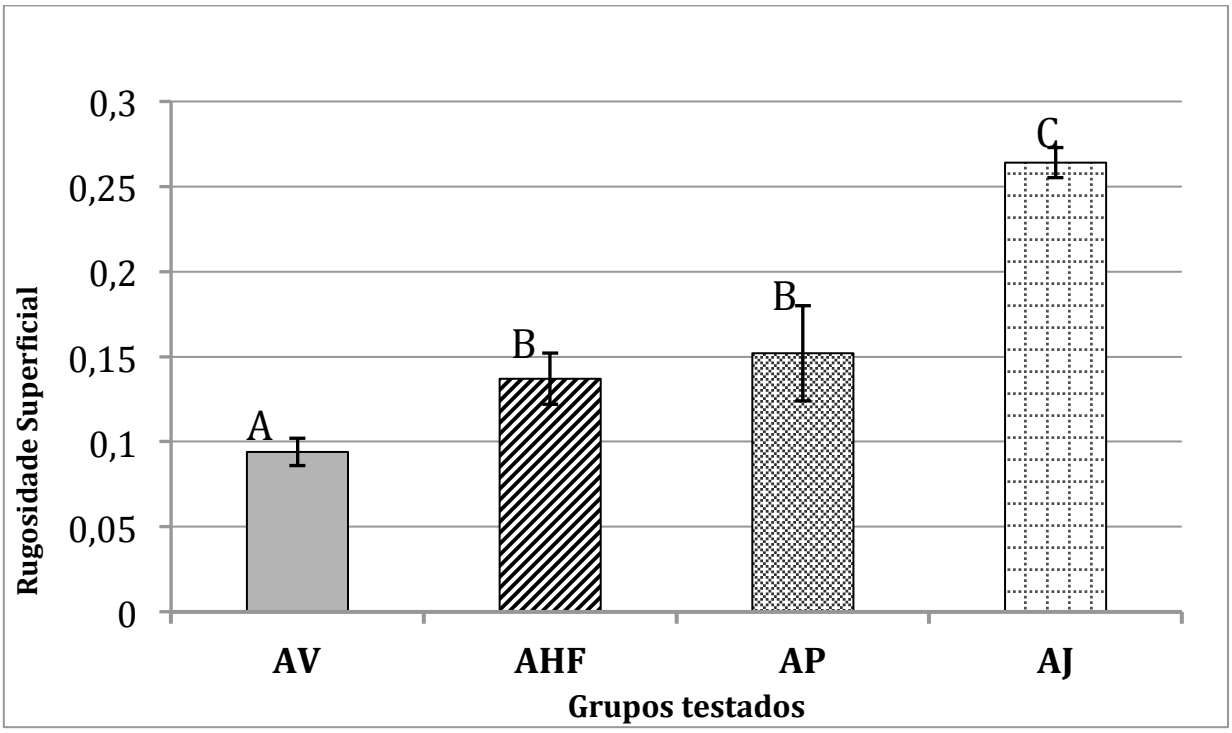


Legenda: (HFP): ácido fluorídrico + primer; (JAT): jateamento + primer; (HFPLP): ácido fluorídrico + plasma + primer; (PL): plasma; (PLP): plasma + primer.
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Rugosidade superficial

A figura 14 apresenta os valores da média e desvio padrão dos 4 grupos analisados.

Figura 14 – Gráfico com os valores das médias e desvio padrão para rugosidade superficial



Legenda: (AV): Amostra sem tratamento; (AHF): ácido fluorídrico; (AP): plasma; (AJ): jateamento.
Fonte: Elaborado pelo autor.

A tabela 2 contém os resultados do teste de Tukey para os grupos com diferentes tratamentos de superfície da zircônia em relação à rugosidade superficial.

Tabela 2 - Resultado de teste de Tukey rugosidade superficial

TRATAMENTO	MÉDIA (µm) ± DP	GRUPOS HOMOGÊNIOS
AV	0,094 ± 0,008	A
AHF	0,137 ± 0,015	B
AP	0,152 ± 0,028	B
AJ	0,264 ± 0,009	C

Legenda: (AV): Amostra sem tratamento; (AHF): ácido fluorídrico; (AP): plasma; (AJ): jateamento.
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.4 Ângulo de contato

A tabela 3 apresenta o resultado de ANOVA 2 fatores (tratamento e tampo) (Tabela 4), onde apenas para fator tratamento apresentou diferença ($p<0,001$), sendo que o grupo AV (amostra sem tratamento) apresentou média de ângulo de contato estatisticamente maior. A interação entre os fatores tratamento x tempo, foi significativa ($p=0,0047$), sendo que o grupo AP (plasma) obteve aumento estatisticamente significante do ângulo de contato quando da comparação com a leitura imediata após 24 horas.

Tabela 3 – Resultado de ANOVA 2 fatores

Effect	SS	Degr of Freedom	MS	F	P
intercept	106156.5	1	106156.5	1244.439	0.000000
tratamento	5026.7	3	1675.6	19.642	0.000001
tempo	77.7	2	38.8	0.455	0.639610
tratamento*tempo	2168.7	6	361.4	4.237	0.004782
Error	2047.3	24	85.3		

Fonte: Elaborado pelo autor.

A tabela 4 apresenta os resultados do teste de Tukey para o fator tratamento de superfície.

Tabela 4 – Resultados do teste de Tukey para o fator tratamento de superfície

TRATAMENTO	MÉDIA (°) ± DP	GRUPOS HOMOGÊNIOS
AV	74,65 ± 10,84	A
AHF	49,04 ± 7,68	B
AP	45,56 ± 15,65	B
AJ	47,94 ± 10,73	B

Legenda: (AV): Amostra sem tratamento; (AHF): ácido fluorídrico; (AP): plasma; (AJ): jateamento
Fonte: Elaborado pelo autor.

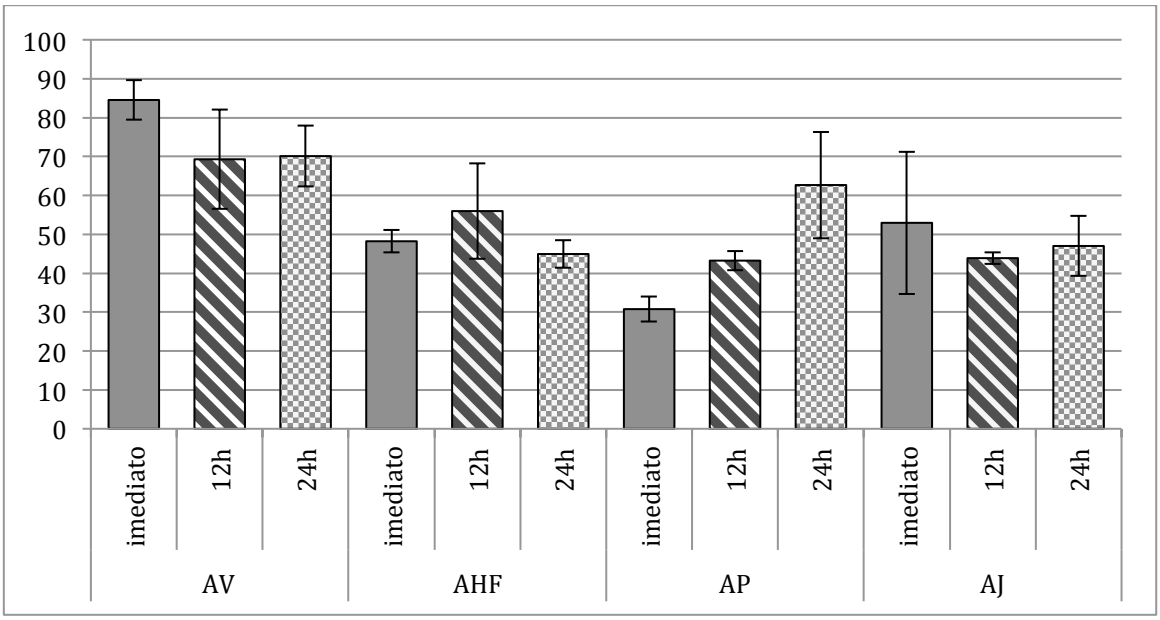
A tabela 5 e a figura 15 apresentam os resultados do teste de Tukey para a interação tratamento x tempo.

Tabela 5 – Resultados do teste de Tukey para a interação tratamento de superfície x tempo

TRATAMENTO	TEMPO	ÂNGULO (MÉDIA) ± DP	GRUPOS HOMOGÊNIOS
AV	Imediato	84,55±5,06	C
AV	12h	69,30±12,75	A C
AV	24h	70,11±7,83	A C
AHF	Imediato	48,22±2,86	A B
AHF	12h	53,97±12,33	A B
AHF	24h	44,94±3,60	A B
AP	Imediato	30,77±3,23	B
AP	12h	43,24±2,46	A B
AP	24h	62,68±13,70	A C
AJ	Imediato	52,96±18,32	A B
AJ	12h	43,87±1,48	A B
AJ	24h	47,00±7,68	A B

Legenda: (AV): Amostra sem tratamento; (AHF): ácido fluorídrico; (AP): plasma; (AJ): jateamento.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 15 - Gráfico com os valores das médias e desvio padrão para o ângulo de contato

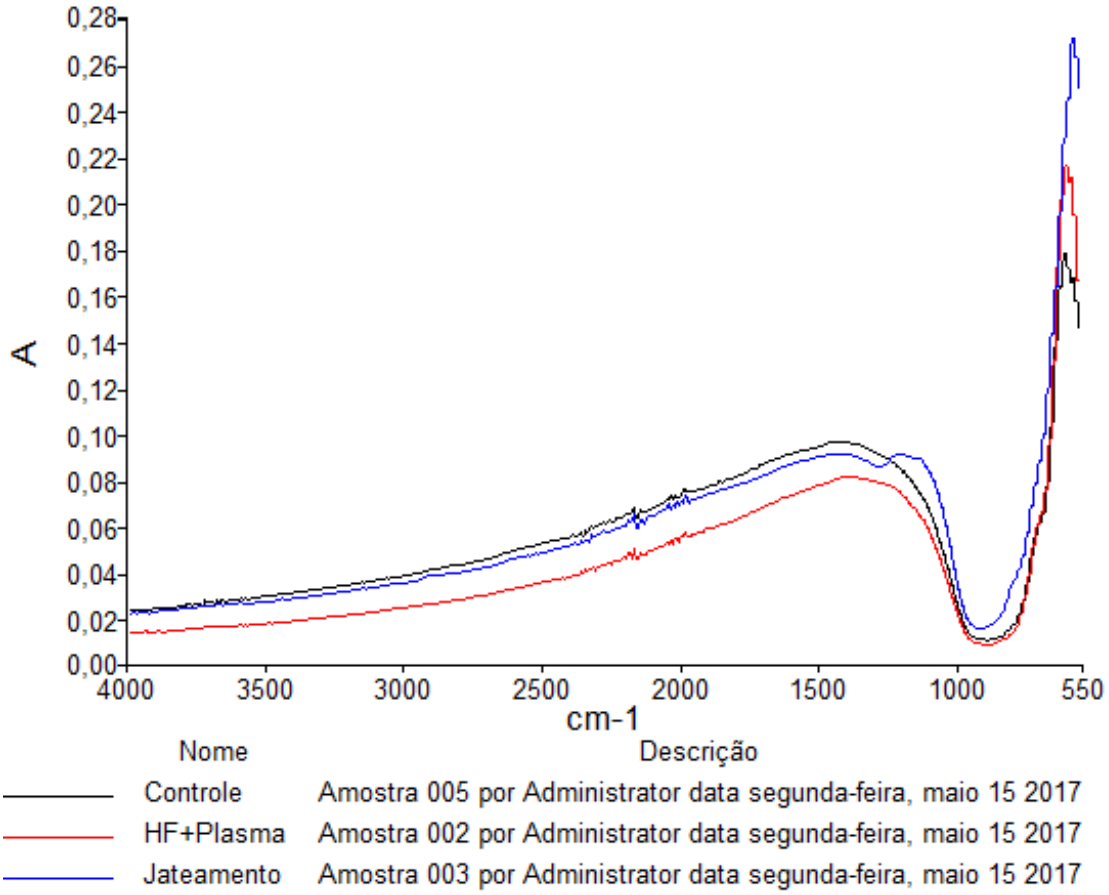


Legenda : (AV): Amostra sem tratamento; (AHF): ácido fluorídrico; (AP): plasma; (AJ): jateamento.
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.5 Espectroscopia por infravermelho

Os resultados do FTIR, presentes na figura 16, demonstraram mediante descendência das curvas espectrais entre 1200 a 900 cm^{-1}e a ascendência entre 900 a 520 cm^{-1} que há uma similaridade no padrão das curvas de espectro entre a amostra jateada (AJ) e a amostra com aplicação de HF seguido de plasma não térmico de argônio (AHFP), quando comparado com a amostra sem tratamento (AV), sugestivo de forte presença de grupos OH^- e -COOH.

Figura 16 – Gráfico com as curvas de espectros referentes à análise em FTIR



Fonte: Elaborado pelo autor.

6 DISCUSSÃO

A zircônia, dentre as suas características, possui baixa energia de superfície, conferindo por consequência, baixa adesividade após a cimentação, mesmo com uso de cimentos resinosos e tratamentos de superfície com ácidos ou jateamentos seguido de aplicação de *primers* (Burke et al., 2002; Blatz et al., 2004). Isso se deve à composição desse policristalino, que ao contrário de outras cerâmicas odontológicas, possui uma fase vítrea muito pequena, o que lhe confere alta estabilidade química e resistência à corrosão ácida (Pereira et al., 2015).

O tratamento com melhores resultados, até o momento é conseguido mediante jateamentos por meio de partículas abrasivas, que modificam o padrão de rugosidade e pode tornar a superfície silanizável devido à incorporação de óxido de silício (Amaral et al., 2014; Özcan, Bernasconi, 2015). Porém a pressão exercida para o jateamento pode promover fissuras microscópicas, o que poderá gerar falha adesiva bem como fratura da peça protética (Zhang et al., 2004).

O presente estudo teve como objetivo testar um novo protocolo de tratamento de superfície desse substrato, com o propósito de avaliar a possibilidade da não utilização de jateamentos com partículas abrasivas.

O teste de microtração, foi o utilizado, em nosso trabalho, para avaliar a resistência de união, pois segundo Goracci et al. (2005), Mannocci et al. (2001), Bouillaguet et al. (2003), este teste tem a vantagem de poder diminuir o número dos corpos de prova, pois mede a força de união de espécimes de até 0,5 mm^2 possibilitando uma distribuição uniforme das forças durante a aplicação da carga, o que evita fraturas coesivas na dentina radicular sob cargas, permitindo uma correta mensuração da resistência de união da interface.

Nossos resultados demonstraram que a aplicação de plasma não térmico de argônio aumenta a resistência adesiva, ao ponto de equivaler a um tratamento padrão por meio de jateamento (Tabela 2), porém sem resultar em uma modificação acentuada no padrão de rugosidade na superfície da zircônia (Tabela 3), o que pode indicar uma diminuição no risco de eventuais fissuras e trincas.

Dentre os grupos em que foi utilizado o plasma de argônio, para o teste de resistência adesiva (μTBS), apenas o grupo em que foi aplicado HF a 10% (HPLP) foi possível obter palitos. Segundo Noro et al. (2015), como a zircônia é um substrato extremamente cristalino (em torno de 98% de sua composição) e consequentemente com resistência ao tratamento ácido (Pereira et al., 2015), a aplicação prévia do HF funciona principalmente como meio de remoção de resíduos inorgânicos presente na superfície, oriundo do processo de corte dos blocos e da deposição de partículas do ar atmosférico Bagueri et al. (2015). Dessa maneira o HF torna a aplicação do plasma de argônio mais efetiva sobre a superfície da zircônia, resultando em uma resistência adesiva próxima ao tratamento padrão com jateamento, fato esse comprovado mediante análise das curvas de espectro registradas por meio de FTIR, onde se nota uma proximidade de padrão entre as curvas de espectros das amostras jateadas e com HF seguido de plasma.

Esse aumento na resistência adesiva, com uso de plasma ocorre, uma vez que os átomos reativos, do plasma de argônio e espécies reativas oxigenadas e nitrogenadas, formadas a partir da interação do feixe de plasma com a micro atmosfera em torno da superfície da amostra da zircônia, quebram as ligações fracas estabilizadas, promovendo a formação de grupos polares que ficam disponíveis para uma nova ligação (Duan et al., 2007; Murakami et al., 2013). Em resumo, o tratamento com plasma desestabiliza a energia iônica da

superfície, tornando-a reativa, devido à formação de radicais ativos principalmente de oxigênio e nitrogênio (Murakami et al., 2013).

Outra explicação para a melhora na adesão, é a propriedade adicional de limpeza que o plasma promove sobre uma superfície, pela quebra de ligações C-H e C-C, criando novos sítios químicos através da redução do teor de hidrocarbonetos e moléculas orgânicas, que se depositam na superfície da zircônia em contato com o ar atmosférico. Ao contrário da abrasão e tratamento triboquímico, a aplicação do plasma não produz contaminação por impurezas ou afeta a conformação da superfície de zircônia. Isso pode afetar positivamente a resistência da união e a sua estabilidade a longo prazo (Canullo et al., 2014).

Em decorrência desse processo de modificação de superfície, onde há a criação de grupos polares, a superfície da zircônia se torna mais reativa, favorecendo a molhabilidade e consequentemente a diminuição do ângulo de contato (Valverde et al., 2013; Lopes et al., 2014; Noro et al., 2015). Isso foi comprovado em nossos resultados onde houve uma diminuição acentuada do ângulo de contato, nos grupos após aplicação do plasma de argônio, corroborando com estudos de Lopes et al. (2014) e Noro et al. (2015). Os autores obtiveram também redução no ângulo de contato após aplicação do plasma sobre zircônia, relatando a diminuição imediata significante do ângulo quando comparado com as amostras sem tratamento ($30,77^{o}$ / $84,55^{o}$) e permanência de efetividade por até 12 horas ($43,24^{o}$).

Os *primers* comercialmente disponíveis podem melhorar a resistência de união e alterar o ângulo de contato para valores entre 30° a 40°. A razão para o uso de *primers* é alterar a inércia de superfície da zircônia. A diminuição do ângulo de contato indica que a superfície se tornou hidrofílica e com maior energia de superfície (Valverde et al., 2013), aumentando assim o seu potencial de ligação com resinas à base de acrilato presentes em adesivos, *primers* e cimentos resinosos (Lopes et al., 2014).

A avaliação em estereomicroscópio, da área adesiva dos palitos testados, após o ensaio de microtração, revelou modo de fratura predominantemente adesivo, estando em concordância com estudos de Amaral et al. (2014) e Canullo et al. (2014), que avaliaram, pós teste de resistência adesiva por microtração essa mesma predominância de falha sobre amostras de zircônia.

Optamos por não realizar avaliação em MEV, visto que o padrão da superfície de zircônia após os tratamentos convencionais, como os utilizados em nosso trabalho, já é conhecido na literatura, sendo novamente avaliado por Bagueri et al. (2015), onde se verificou uma alteração no padrão de superfície apenas para as mostras com jateamento. Ainda segundo Chen et al. (2012), amostras submetidas a aplicação de plasma não térmico não apresentaram mudanças significativas em sua morfologia de superfície, visto que a alteração promovida por essa modalidade de tratamento é a nível iônico.

O uso da zircônia tem sido cada vez mais usado, aprimorado e difundido por parte de empresas e pelos clínicos. Suas propriedades já conhecidas, possibilitam a sua utilização nas diversas modalidades terapêuticas reabilitadoras da odontologia, inclusive em áreas estéticas. Por isso há a preocupação em se alcançar um padrão de adesão confiável, duradouro e que não comprometa mecanicamente a estrutura protética. Logo é de suma importância que se busque alternativas ao tratamento de superfície desse substrato, visto que, futuramente, seu uso poderá ser ainda ampliado no meio clínico, podendo inclusive vir a ser usado em peças de espessura ultrafina, o que requererá cuidados adicionais em relação a tratamentos convencionais já estabelecidos como os por jateamento com partículas abrasivas.

Logo, mais pesquisas laboratoriais são necessárias, no sentido de reforçar os resultados encontrados, buscando novas informações quanto a longevidade e a eficácia sobre outros sistemas cerâmicos, bem como sobre a interface zircônia-cerâmicas de cobertura, além de estudos com o uso de outras modalidades de

plasma existente. É também importante, segundo Kim JH et al. (2014), o aprimoramento dos equipamentos de plasma, para tornar possível a criação de um protocolo de utilização visando sua viabilização para a futura aplicação clinica na técnica restauradora adesiva ou como método de pesquisa interdisciplinar.

7 CONCLUSÃO

Baseado na metodologia proposta e nos resultados obtidos é possível concluir que a aplicação do plasma não térmico sobre a zircônia Y-TZP:

a) não apresentou diferença significante na resistência de união quando comparado com o jateamento com partículas de Al_2O_3;
b) não modifica significativamente o padrão de rugosidade de superfície, quando comparado ao jateamento;
c) reduz significantemente o ângulo de contato.

REFERÊNCIAS

Aboushelib MN. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. J Adhes Dent. 2011 Jun;13(3):255-60. doi: 10.3290/j.jad.a19241.

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 Jan;42(1):90-98. doi: 10.1016/j.jdent.2013.11.004. Epub 2013 Nov 15.

Andersson M, Odén A. A new all-ceramic crown. A dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain. Acta Odontol Scand. 1993 Feb;51(1):59-64.

Andreiotelli M, Wenz HJ, Kohal RJ. Are ceramic implants a viable alternative to titanium implants? A systematic literature. Clin Oral Implants Res. 2009 Sep;20 Suppl 4:32-47. doi: 10.1111/j.1600-0501.2009.01785.x.

Arai M, Takagaki T, Takahashi A, Tagami J. The role of functional phosphoric acid ester monomers in the surface treatment of yttria-stabilized tetragonal zirconia. Dent Mater J. 2017 Mar 31;36(2):190-4. doi: 10.4012/dmj.2016-060. Epub 2017 Jan 20.

Ari H, Yasar E, Belli S. Effects of NaOCl on Bond strengths of resin cements to root canal dentin. J Endod. 2003 Apr;29(4):248-51.

Artisan Technology Group [Internet]. Estados Unidos e Canadá; Artisan Technology Group [acesso em 2017 Ago 02]; [aproximadamente 1 p.]. Disponível em: www.artisantg.com/ViewImage.aspx?Image=Zygo_NewView200_View1.jpg%20&Item=621

Bagheri H, Hooshmand T, Aghajani F. Effect os ceramic surfasse treatments after machine grinding on the biaxial flexuaral strength of diferente CAD/CAM dental ceramic. J Dent (Tehran). 2015 Sep; 12(9):621-9.

Baratieri LN, Monteiro JRS, Andrade MAC, Vieira LCC, Ritter AV, Cardoso AC. Odontologia restauradora: fundamentos e possibilidades. São Paulo: Santos; 2002.

Blatz MB, Richter C, Sadan A, Chiche GJ. Critical appraisal. Resin bond to dental ceramics, Part II: high-strength ceramics. J Esthet Restor Dent. 2004;16(5):324-8.

Bonfante EA, da Silva NR, Coelho P, Bayardo-González DE, Thompson V, Bonfante G. Effect of framework design on crown failure. Eur J Oral Sci. 2009 Apr;117(2):194-9. doi: 10.1111/j.1600-0722.2008.00608.x.

Bottino MA, Quintas AF, Miyashita E, Giannino V. Estética em reabilitação oral: metal free. São Paulo: Artes médicas; 2001.

Bouillaguet S, Troesh S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. Dent Mater. 2003 May;19(3):199-205.

Burke FJ, Fleming GJ, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. J Adhes Dent. 2002 Spring;4(1):7-22.

Busato ALC, Hernández PAG, Candido MSM, Porto CLA, Reichert LA, Macedo RP, et al. Dentística: Novos Princípios Restauradores. São Paulo: Artes Médicas, 2004.

Campos L, Telles M, Galhano GA, Camargo FP, Valandro LF, Mallmann A. Efeito do tempo de condicionamento da superfície cerâmica sobre a resistência adesiva entre uma cerâmica de fluorapatita e um cimento resinoso. Cienc Odontol Bras. 2005;8(3):71-6.

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 Mar-Apr;27(2):137-9. doi: 10.11607/ijp.3722.

Cavalcanti AN, De Lima AF, Peris AR, Mitsui FH, Marchi GM. Effect of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. J Esthet Restor Dent. 2007;19(2):90-8.

Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianni M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. Oper Dent. 2009;34(3):280-7. doi: 10.2341/08-80.

Chen M, Zhang Y, Yao X, Li H, Yu Q, Wang Y. Effect of a non-thermal, atmospheric-pressure, pasma brush on conversion of model self-etch adhesive formulations compared to conventional photo-polymerization. Dent Mat. 2012 Dec;28(12):1232-9. doi: 10.1016/j.dental 2012.09.005.

Epub 2012 Sep 25.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. J Prosthet Dent. 2007 Nov;98(5):390-404.

D'Arcangelo C, De Angelis F, D'Amario M, Zazzeroni S, Ciampoli C, Caputi S. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. 2009;May-Jun;34(3):328-36. doi: 10.2341/08-101.

De Gee AJ. Light-curing units and their impact on resin polymerization – Proceeding of Conference on Scientific Criteria for Selecting Materials and Techniques in Clinical Dentistry; Siena, Itália. In: Academy of Dental Materials. 2001;15:87-97.

Della Bona A, Anusavice KJ. Effect of ceramic surface on tensile bond strength to a resin cement. Int J Prosthodont 2002a May-Jun;15(30:248-53.

Della Bona A, Anusavice KJ. Microstruture, composition and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthod. 2002b;Mar-Apr15(2):159-67.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dental Materials: official publication of the academy of dental materials. Dent Mater. 2008 Mar;24(3):299-307. Epub 2007 Jul 19.

Deutsch AS, Cavallari J, Musikant BL. Guidelines for clinically safe prefabricated post insertion. N Y J Dent. 1983 Mar;53(3):109-11.

Dong X, Ritts AC, Staller C, Yu Q, Chen M, Wang Y. Evaluation of plasma treatment effects on improving adhesive-dentin bonding by using the same tooth controls and varying cross-sectional surface areas. Eur J Oral Sci. 2013 Aug;121(4):355-62. doi: 10.1111/eos.12052.

Duan Y, Huang C, Yu QS. Cold plasma brush generated at atmospheric pressure. Rev Sci Instrum. 2007 Jan;78(1):015104.

Fernandes Jr VVB, Oliani MG, Nogueira Jr L, Silva JMF, Araújo RM. Analysis and comparison of different bond strength tests. JSM Dent. 2016;4(4):1076.

Ferrell JR, Galov AS, Gostev VA, Banks BA, Weeks SP, Fulton JA, et al. Characterization, properties and applications of nonthermal plasma: a Novel pulsed-based option. J Biotechnol Biomater. 2013;3:155. doi:

10.4172/2155-952X.1000155.

Franco LC. Avaliação do efeito do plasma não térmico na resistência adesiva à dentina superficial e profunda [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2016.

Frankenberger R, Lohbauer U, Schaible RB, Nikolaenko SA, Naumann M. Luting of ceramic inlays in vitro: Marginal quality of self-etch and etch-and-rinse adhesives versus self-etch cements. Dent Mater. 2008 Feb;24(2):185-91. Epub 2007 Jun 1.

Gaston BA. Evaluation of regional bond strength of resin cement to endodontic surface. J Endod. 2001 May;27(5):321-4.

Goracci C, Fabianelli A, Sadek FT, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. The contribution of friction to the dislocation resistance of bonded fiber post. J Endod. 2005 Aug;31(8):608-12.

Hart DA, Powers WH. Flexural strength and modulus of opalescent porcelain. J Dent Res. 1994;73:235.

Heinlin J, Isbary G, Stolz W, Morfill G, Landthaler M, Shimizu T, et al. Plasma applications in medicine with a special focus on dermatology. J Eur Acad Dermatol Venereol. 2011 Jan;25(1):1–11. doi: 10.1111/j.1468-3083.2010.03702.x.

Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, et al. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. Dent Mater. 2007 Jan;23(1):71-80. Epub 2006 Jan 19.

Hoffmann C, Berganza C, Zhang J. Cold Atmospheric Plasma: methods of production and application in dentistry and oncology. Med Gas Res. 2013 Oct 1;3(1):21. doi: 10.1186/2045-9912-3-21.

Ichikawa Y, Akagawa Y, Nikai, H, Tsuru H. Tissue Compatibility and Stability of a New Zirconia Ceramic In Vivo, J Prosthet Dent. 1992 Aug;68(2):322-6.

Isgrò G, Kleverlaan CL, Wang H, Feilzer AJ. The influence of multiple firing on thermal contraction of ceramic material used for the fabrication of layered all-ceramic dental restorations. Dent Mater. 2005 Jun;21(6):557-64.

Kim GC, Lee HW, Byun JH, Chung J, Jeon YC, Lee JK. Dental applications of low-temperature nonthermal plasmas. Plasma Process.

Polym. 2013 Mar;10(3):199–206. doi: 10.1002/ppap.201200065.

Kim JH, Lee MA, Han GJ, Cho BH. Plasma in dentistry: a review of basic concepts and applications in dentistry. Acta Odontol Scand. 2014 Jan;72(1):1-12. doi:10.3109/00016357.2013.795660.

Kim JW, Kim JH, Thompson VP, Zhang Y. Sliding contact fatigue damage in layered ceramic structures. J Dent Res. 2007 Nov;86(11):1046-50.

Koban I, Duske K, Jablonowski L, Schröder K, Nebe B, Sietmann R, et al. Atmospheric plasma enhances wettability and osteoblast spreading on dentin in vitro: proof-of-principle. Plasma Process Polym. 2011 Oct 21;8(10):975–82. doi: 10.1111/j.1600-051X.2012.01853.x.

Kohorst P, Junghanns J, Dittmer M P, Borchers L, Stiesch M. Different CAD/CAM processing routes for zirconia restorations: influence on fitting Accuracy. Clin Oral Invest. 2011 Aug;15(4):527-36. doi: 10.1007/s00784-010-0415-9. Epub 2010 May 22.

Kong M, Kroesen G, Morfill G, Nosenko T, Shimizu T, Van Dijk J, et al. Plasma medicine: an introductory review. New J Phys 2009 Nov;11:115-40.

Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Toksavul S, Vallittu PK. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. J Oral Rehab. 2005 Feb;32(2):128-33.

Lazar DR, Bottino MC, Ozcan M, Valandro LF, Amaral R, Ussi V, et al. Y-tzp ceramic processing from coprecipitated powders: a comparative study with three commercial dental ceramics. Dent Mater. 2008 Dec;24(12):1676-85. doi: 10.1016/j.dental.2008.04.002. Epub 2008 Jun 9.

Lim J, Uhm H, Li S-Z. Influence of oxygen in atmospheric-pressure argon plasma jet on sterilization of Bacillus atrophaeous spores. Phys Plasmas 2007;14:493–504. doi: 10.1063/1.2773705.

Lopes BB, Ayres APA, Lopes LB, Negreiros WM, Giannini M. The effect of atmospheric plasma treatment of dental zirconia ceramics on the contact angle of water. Appl Adhes Sci. 2014;17(2):1-8.

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. J Dent. 2007 Nov;35(11):819-26. Epub 2007 Sep 6.

Mannocci F1, Ferrari M, Watson TF. Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. Amer J Dent. 2001 Aug;14(4):200-4.

May LG, Passos SP, Capelli DB, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010 Oct;95(1):69-74. doi: 10.1002/jbm.b.31684.

Mclean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. Br Dent J. 1965 Sep 21;119(6):251-67.

Morris MD. Effects of sodium hypochlorite and RC-prep on bond strengths on resin cement to endodontic surface. J Endod. 2001 Dec; 27(12):753-7.

Murakami T, Niemi K, Gans T, O'Connell D, Graham W. Chemical kinetics and reactive species in atmospheric pressure helium-oxygen plasmas with humid-air impurity. Plasma Sources Sci Technol. 2013; 22:15001-31. doi:10.1088/0963-0252/22/1/015003.

Naumova EA, Ernst S, Schaper K, Arnold WH, Piwowarczyk A. Adhesion of different resin cements to enamel and dentin. Dent Mater J. 2016;35(3):345-52. doi: 10.4012/dmj.2015-174.

Noro A, Kameyama A, Haruyama A, Takahashi T. Influence of hydrophilic pre-treatment on resin bonding to zirconia ceramics. Bull Tokyo Dent Coll. 2015;56(1):33-9. doi: 10.2209/tdcpublication.56.33.

Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: A systematic review and meta-analysis. J Adhes Dent 2015 Feb;17(1): 1-20. doi: 10.3290/j.jad.a33525.

Pameijer CH, Stanley HR. Pulp reactions to resin cements. Am J Dent. 1992 Apr;5(2):81-7.

Pashley DH, Agee KA, Carvalho RM, Lee KW, Tay FR, Callison TE. Effect of water and water-free polar solvents on the tensile properties of desmineralized dentin. Dent Mater. 2003 Jul;19(5):347-52.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999 Winter;1(4):299-309.

Perdigao J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I – microtensile bond strengths. J Adhes Dent. 2006 Dec;8(6):367-73.

Pereira L de L, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO, Özcan M. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? J Adhes Dent. 2015 Apr;17(2):169-74. doi: 10.3290/j.jad.a33974

Pröbster L, Diehl J. Slip-casting alumina cdramics for crown and bridge restaurations. Quintessence Int. 1992 Jan;23(1):25-31.

Raigrodski AJ. Contemporary all-ceramic fixed partial dentures: a review. Dent Clin North Am. 2004 Apr;48:viii, 531-44.

Ritts AC, Li H, Yu Q, Xu C, Yao X, Hong L, et al. Dentin surface treatment using a non-thermal argon plasma brush for interfacial bonding improvement in composite restoration. Eur J Oral Sci. 2010;118(5): 510–6. doi: 10.1111/j.1600-0722.2010.00761.x.

Sanares AM, Itthagarum A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. Dent Mater. 2001 Nov;17(6):542-56.

Sander RF, Prattes LHM, Chain MC, Clavo MCM. Resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos autocondicionantes à dentina. Rev Clín Pesq Odontol. 2009 set/dez;5(3):273-9.

Sano T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength evaluation of a microtensile bond test. Dent Mater. 1994 Jul;10(4):236-40.

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 Oct;99(1):199-206. doi: 10.1002/jbm.b.31887. Epub 2011 Jun 28.

Souza RO, Castilho AA, Fernandes VV, Bottino MA, Valandro LF. Durability of microtensile bond to nonetched and etched feldspar ceramic: self-adhesive resin cements vs conventional resin. J Adhes Dent. 2011 Apr;13(2):155-62. doi: 10.3290/j.jad.a18784.

Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP. Surface characterisation and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. J Dent. 2013 Jan;41(1):51-9. doi:10.1016/j.jdent.2012.10.002. Epub 2012 Oct 5.

Wolf R, Sparavigna A. Role of plasma surface treatments on wetting and adhesion. J Engineering. 2010;2:397–402. doi: 10.4236/eng.2010.26052.

Zavanelli AC, Dekon SFC, Silva CR, Pesqueira AA, Costa OS, Takeshita EM. Efeito dos tratamentos superficiais para reparo em cerâmica: avaliação por meio da mi- croscopia eletrônica de varredura. Cienc Odontol Bras. 2006;9(3): 66-72.

Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on long-term performance of dental ceramics. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2004 Nov 15;71(2):381-6.

Zhang Y, Yu Q, Wang Y. Non-thermal atmospheric plasmas in dental restoration: improved resin adhesive penetration. J Dent.2014 Aug;42(8):1033-42. doi: 10.1016/j.jdent.2014.05.005.