



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

MARCOS PAULO MOTTA SILVEIRA

**RESISTÊNCIA ADESIVA A LONGO PRAZO ENTRE
ZIRCÔNIAS ODONTOLÓGICAS COM DIFERENTES
NÍVEIS DE TRANSLUCIDEZ E CIMENTO RESINOSO**

2022

MARCOS PAULO MOTTA SILVEIRA

**RESISTÊNCIA ADESIVA A LONGO PRAZO ENTRE ZIRCÔNIAS
ODONTOLÓGICAS COM DIFERENTES NÍVEIS DE TRANSLUCIDEZ
E CIMENTO RESINOSO**

Dissertação 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 MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientador: Prof. Dr. Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

São José dos Campos

2022

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2022]. 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).

Silveira, Marcos Paulo Motta

Resistência adesiva a longo prazo entre zircônias odontológicas com diferentes níveis de translucidez e cimento resinoso / Marcos Paulo Motta Silveira. – São José dos Campos : [s.n.], 2022.
55 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) – Pós-Graduação em Odontologia Restauradora – Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2022.

Orientador: Marco Antonio Bottino

Coorientador: Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

1. Zircônia. 2. Materiais dentários. 3. Cimento resinoso. 4. Resistência adesiva. 5. Resistência ao cisalhamento. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Ribeiro, Nathália de Carvalho Ramos, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' – Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Achille Bassi e Seção Técnica de Informática, ICMC/USP com adaptações - STATI, STRAUD e DTI do ICT/UNESP.

Renata Aparecida Couto Martins CRB-
8/8376

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro (Coorientadora)

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. João Paulo Mendes Tribst

University of Amsterdam and Vrije Universiteit Amsterdam

Academic Centre for Dentistry Amsterdam

Department of Dental Materials

São José dos Campos, 02 de agosto de 2022.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho

À **Deus**, que me sustentou durante todo este tempo, não somente de pós-graduação, mas de VIDA. Eternamente grato ao autor da minha história, a quem posso chamar de amigo e dizer que ouço a Sua voz. Te dedico este trabalho e este título que conquisto, tudo é para a Tua glória.

“Àquele que é capaz de fazer infinitamente mais do que tudo o que pedimos ou pensamos, de acordo com o seu poder que atua em nós, a Ele seja a glória na igreja e em Cristo Jesus, por todas as gerações, para todo o sempre! Amém!” **Efésios 3:20-21**

AGRADECIMENTOS

À **Deus**, que me amou incondicionalmente, me encontrou em meio aos meus problemas e me deu a vida eterna. Muito obrigado por ter enviado Seu filho, **Jesus Cristo**, o maior mestre que eu conheço, que morreu por mim em uma cruz e possibilitou que eu fosse feito filho de Deus e também mestre. Para sempre colocarei minhas conquistas aos Teus pés, cada conquista que eu tenho não é minha, mas é Sua. Te amo, Deus. Muito obrigado por nunca desistir de mim, continue para sempre sendo o meu mestre.

À minha mãe, **Lucelena Motta de Souza Silveira**, que sempre me amou e fez tudo para que eu chegasse em momentos como esse. Mãe, amo você para sempre. Obrigado por ser o meu maior exemplo de força e perseverança na vida, nunca vou ter palavras ou atitudes o suficiente para agradecer você por tudo o que fez pela nossa família. Mesmo que você não saiba em detalhes o que esse título representa, agradeço a você, pois um dia vamos colher juntos o resultado de tudo o que foi plantado durante essa e outras fases anteriores da minha vida. Você tem parte direta nessa colheita comigo, obrigado pelo seu cuidado, te amo.

Ao meu irmão, **Daniel Vitor Motta Silveira**, que sempre me apoiou e, mesmo com seu jeito durão, sempre me amou e me incentivou a viver meus sonhos fora de nossa cidade. Obrigado pelo seu companheirismo e seu amor, você é meu parceirão e nunca me esqueço de você nas minhas orações. Obrigado por dividir a mesma família e o mesmo teto comigo, te amo.

À toda a **minha família**, de perto ou de longe, com pouco ou muito contato, esse título não é só meu, mas de vocês também. Agradeço por cada

oração, ligação, cada gesto de amor e carinho ao longo de todos esses anos de vida, cada um deles foi necessário para que esse dia chegasse. Família é o plano de Deus para a humanidade, amo vocês.

Ao meu orientador, ***Professor Marco Antonio Bottino***, por sua orientação, apoio, disponibilidade e parceria. Sou grato a Deus por ter colocado o senhor como meu orientador e por ser aquele que sempre se mostrou disponível não só a me orientar, mas a esclarecer qualquer dúvida e dar qualquer tipo de suporte. Sei que não tivemos um contato presencial tão próximo devido a pandemia e aos caminhos que segui após a finalização laboratorial do meu trabalho, mas nunca me esquecerei das vezes em que nos ligamos por chamada de vídeo ou áudio e o senhor sempre me oferecia suporte e me perguntava se eu estava bem, se meus familiares estavam bem e se eu precisava de algo. Obrigado pela oportunidade de realizar esse trabalho e obter esse título, me espelho no mestre que o senhor é.

À minha coorientadora, ***Professora Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro***. Não vou conseguir colocar em palavras nesse agradecimento como a sua ajuda foi fundamental durante esse processo. Muito obrigado por cada correção, cada ajuda diante das minhas perguntas, cada segundo que você gastou para me ajudar a construir e finalizar esse trabalho. Você é uma peça fundamental para que essa dissertação tenha sido escrita, sou grato a Deus por ter colocado uma mestre tão excelente como minha co-orientadora. Me espelho demais na sua perseverança e força de vontade, tenho certeza que você tem um futuro brilhante pela frente e vai inspirar muito mais pessoas, como me inspira. Muito obrigado.

Ao ***Professor João Paulo Mendes Tribst***, obrigado por ser aquele que iniciou esse trabalho comigo e, desde os meus primeiros dias na pós-graduação, me ensinou a cumprir horários e honrar compromissos. Você foi um verdadeiro mestre que cruzou o meu caminho, devo grande parte do meu senso crítico que foi construído ao longo do mestrado à você, que me ensinou a questionar tudo o que leio e o que me é apresentado. Obrigado por ter desenvolvido a ideia desse trabalho e ter contribuído imensamente com esse título. Continuarei torcendo sempre pelo seu sucesso e que você possa inspirar muitos alunos a serem grandes produtores de mentes pensantes como você é. Muito obrigado.

Ao ***Professor João Maurício Ferraz da Silva***, por sempre me inspirar como exemplo de mestre. Obrigado por me mostrar que a odontologia vai muito além dos livros. Obrigado pelo seu companheirismo e profissionalismo exemplar, sou grato a Deus por ter sido seu aluno e ter aprendido tanto com seus ensinamentos em sala de aula e clínica.

Aos meus ***colegas de pós-graduação***, por terem me ajudado nos momentos de necessidade, por todo o tipo de suporte direto e indireto ao meu trabalho. Desejo sucesso a todos vocês, muito obrigado.

Ao ***Dunamis Movement e ao Dunamis Hangar***, que direta e indiretamente acreditaram em mim ao longo desse processo. Obrigado por me darem o suporte necessário quando precisei para que este trabalho fosse conciliado com a minha rotina e meus afazeres na Dunamis Farm. Agradeço a Deus por poder chamá-los de família e também por compartilhar do sonho d'Ele para esta fazenda, de onde redigi praticamente todo este trabalho. Tenho certeza que ainda existe um longo caminho a ser trilhado juntamente com vocês, vamos juntos discipular as nações através da educação.

Obrigado aos amigos que entenderam a minha necessidade durante esse processo, não foi nada fácil passar grande parte da redação desse trabalho sem um computador em mãos. Obrigado ***Marcílio Lima Filho, Leandro Fernandes e Marina Fanucchi*** por terem me emprestado diversas vezes o computador de vocês, para que, por algumas horas por dia, se tornasse a minha ferramenta de trabalho. Vocês também são peças-chave para que esse trabalho pudesse ser finalizado. Obrigado a todos os amigos que se disponibilizaram a emprestar seus computadores, vocês todos também se encaixam dentro deste agradecimento.

À ***UNESP – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho***, por ter sido a minha casa nesses últimos 7 anos. Muito obrigado por ter me abrigado e me ensinado muito além da Odontologia. Os seus ambientes e mestres fizeram com que eu me apaixonasse pelo estudo, sonho em transformar a educação do nosso país.

Por fim, agradeço a todos que não estão citados no texto, mas que de alguma forma fizeram parte desse capítulo tão importante da minha vida. Muito obrigado pelo apoio de cada um de vocês.

"Nós estamos envolvidos em fazer *R&D, research and development*. Deus quer que eu faça pesquisa da criação, descubra coisas e desenvolva. Transformando a Terra em uma vitrine da glória, beleza, majestade e excelência de Deus."

Teófilo Key Hayashi

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	11
LISTA DE QUADROS	13
LISTA DE TABELAS	14
RESUMO	15
ABSTRACT.....	16
1 INTRODUÇÃO.....	17
2 REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1 Zircônia na odontologia.....	20
2.2 Cimentação de cerâmicas policristalinas	22
2.3 Teste de adesão em materiais dentários.....	24
3 PROPOSIÇÃO	26
4 MATERIAL E MÉTODOS	27
4.1 Preparo das amostras	27
4.2 Preparo da superfície e construção do cilindro.....	29
4.3 Armazenamento das amostras e envelhecimento térmico	30
4.4 Teste de microcissalhamento	34
4.5 Análise de falhas	35
4.6 Análise estatística	36
5 RESULTADO.....	37
5.1 Resistência de união	37
5.2 Análise de falhas.....	40
6 DISCUSSÃO.....	42
7 CONCLUSÃO	49
REFERÊNCIAS	50

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma da distribuição dos grupos	29
Figura 2 - Cimento resinoso utilizado.....	31
Figura 3 - Jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3) sobre a superfície da cerâmica	31
Figura 4 - Aplicação do silano sobre a superfície da zircônia	32
Figura 5 - Mistura de pastas base e catalisadora com ponta misturadora e aplicação na matriz de silicone para construção do cilindro de cimento resinoso	32
Figura 6 - Fotopolimerização do cilindro de cimento resinoso por 60 segundos	33
Figura 7 - Cilindro de cimento resinoso em matriz de silicone após a fotopolimerização	33
Figura 8 - Cilindro de cimento resinoso sobre a superfície da zircônia após a remoção da matriz de silicone.....	34
Figura 9 - Resumo gráfico do processo de preparo das amostras até o ensaio ...	35

Figura 10 - Gráfico de barras da média de resistência de união de todos os grupos de estudo.38

Figura 11 - Imagens representativas dos tipos de falha em microscópio eletrônico de varredura (MEV).....41

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Composição química das zircônias que foram utilizadas no presente estudo27

Quadro 2 – Parâmetros dos ciclos de sinterização indicados para cada uma das zircônias utilizadas no presente estudo28

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média, desvio-padrão e teste de Tukey (95%) dos valores de resistência de união de acordo com os grupos. Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste proposto37

Tabela 2 – Dados da análise de Weibull.....39

Silveira MPM. Resistencia adesiva a longo prazo entre zirconias odontologicas com diferentes niveis de translucidez e cimento resinoso [dissertação]. Sao Jose dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciencia e Tecnologia; 2022.

RESUMO

Este estudo avaliou a resistência e a confiabilidade adesiva entre zircônias com diferentes graus de translucidez com o cimento resinoso, sinterizadas de forma convencional e rápida, além de avaliar a susceptibilidade ao envelhecimento térmico dessas interfaces. Espécimes de quatro diferentes zircônias (3Y-TZP/Translúcida [T], 3Y-TZP/Alta Translucidez [HT], 4Y-PSZ/Super Translúcida [ST] e 5Y-PSZ/Extra Translúcida [XT]) foram obtidos a partir de blocos de CAD/CAM e polidos. Todas as zircônias foram sinterizadas de forma convencional (ciclo de ~12h), entretanto as zircônias T e HT foram subdivididas em grupos também sinterizados na forma rápida (~2h), seguindo o protocolo do fabricante. As superfícies adesivas foram jateadas com Al_2O_3 50 μm e silanizadas com primer contendo MDP, um cilindro de cimento resinoso foi construído na superfície cerâmica ($\varnothing = 1 \text{ mm}$; $h = 2 \text{ mm}$). Metade dos espécimes foram submetidos a termociclagem previamente ao ensaio (6000 ciclos; 5 – 55°C); a outra metade das amostras foi submetida diretamente ao ensaio de microcisalhamento com fio em uma máquina de ensaios universal. Os dados de resistência adesiva foram submetidos a ANOVA 2-fatores e teste de Tukey (95%), bem como à análise de Weibull para determinação da confiabilidade adesiva. A média do valor da resistência adesiva foi estatisticamente diferente entre os materiais, apenas as zircônias HT e ST não foram afetadas negativamente pelo envelhecimento térmico. A forma de sinterização rápida foi estatisticamente semelhante à convencional para a zircônia T, entretanto a HT com sinterização rápida mostrou maior resistência adesiva imediata do que a convencional. O módulo de Weibull foi superior para zircônias HT convencional e ST. O envelhecimento térmico causa uma degradação das interfaces adesivas das zircônias 3Y-TZP (T) e 5Y-PSZ (XT) com o cimento resinoso, entretanto não afeta as interfaces das zircônias 3Y-TZP (HT) e 4Y-PSZ (ST). O método de sinterização rápido não altera a resistência de união das zircônias estudadas com o cimento resinoso a longo prazo. A confiabilidade adesiva segundo o módulo de Weibull é superior para a 3Y-TZP (HT convencional) e 4Y-PSZ (ST).

Palavras-chave: Zircônia. Materiais dentários. Cimento resinoso. Resistência adesiva. Resistência ao cisalhamento.

Silveira MPM. Long-term bond strength between dental zirconia of different translucency levels and resin cement [dissertation]. Sao Jose dos Campos (SP): Sao Paulo State University (UNESP), Institute of Science and Technology; 2022.

ABSTRACT

This study evaluated the adhesive strength and reliability of zirconia with different degrees of translucency with resin cement, sintered in a conventional and speed mode, in addition to evaluating the susceptibility to thermal aging of these interfaces. Specimens of four different zirconia (3Y-TZP/Translucent [T], 3Y-TZP/High Translucent [HT], 4Y-PSZ/Super Translucent [ST] and 5Y-PSZ/Extra Translucent [XT]) were obtained from CAD/CAM blocks and polished. All zirconia were conventionally sintered (~12h cycle), however the T and HT zirconia were subdivided into groups also sintered in the speed mode (~2h), following the manufacturer's protocol. The adhesive surfaces were sandblasted with 50 μm Al_2O_3 and silanized with a primer containing MDP, a resin cement cylinder was built on the ceramic surface ($\varnothing = 1 \text{ mm}$; $h = 2 \text{ mm}$). Half of the specimens were submitted to thermocycling prior to the assay (6000 cycles; 5 – 55°C); the other half of the samples were directly subjected to the wire microshear test in a universal testing machine. The bond strength data were submitted to 2-way ANOVA and Tukey's test (95%), as well as Weibull analysis to determine the adhesive reliability. The average value of bond strength was statistically different between materials, only HT and ST zirconia were not negatively affected by thermal aging. The speed sintering form was statistically similar to the conventional one for T zirconia, however the speed sintered HT showed higher immediate bond strength than the conventional one. The Weibull modulus was superior for conventional HT and ST zirconia. Thermal aging causes a degradation of the adhesive interfaces of 3Y-TZP (T) and 5Y-PSZ (XT) zirconia with the resin cement, however it does not affect the interfaces of 3Y-TZP (HT) and 4Y-PSZ (ST) zirconia. The speed sintering method does not change the bond strength of the zirconia studied with the resin cement in the long term. Adhesive reliability according to the Weibull module is superior for 3Y-TZP (conventional HT) and 4Y-PSZ (ST).

Keywords: Zirconia. Dental materials. Resin cement. Microshear. Bond strength. Shear strength.

1 INTRODUÇÃO

Diversas cerâmicas odontológicas foram introduzidas com diferentes composições, microestruturas e indicações. Os esforços são direcionados para o desenvolvimento de uma cerâmica com adequadas propriedades mecânicas aliadas a estética favorável, destacando-se a zircônia, uma cerâmica policristalina que pode apresentar diferentes composições com ampla utilização na odontologia (Stawarczyk et al., 2017; Denry, Kelly, 2014). Sua resistência à tração e compressão se mostram superiores às cerâmicas vítreas, além de apresentar resultados estéticos satisfatórios em restaurações livres de metal (Piconi, Maccauro, 1999; Shahmiri et al., 2018).

A zircônia é a mais versátil das cerâmicas odontológicas, sendo utilizada na odontologia para a confecção de próteses fixas e coroas unitárias através do sistema CAD/CAM, bráquetes ortodônticos, implantes e pilares protéticos na implantodontia (Vagkopoulou et al., 2009). No entanto, suas limitações clínicas são resistência adesiva e translucidez, inferiores às cerâmicas vítreas. Isso se deve a sua microestrutura policristalina que, apesar de suas propriedades mecânicas excepcionais, aumenta a opacidade, além de diminuir a sua capacidade adesiva, o que acaba comprometendo a sua indicação para a reabilitação de dentes anteriores (Stawarczyk et al., 2017; Zhang, Lawn, 2018).

Durante a evolução da odontologia minimamente invasiva foi possível perceber a adaptação de preparos para que fossem cada vez mais conservadores ao remanescente dental, sendo aplicado os desgastes seletivos, que removem apenas a quantidade de estrutura necessária, não havendo adaptação para retentividade diretamente na estrutura dental (Dal Piva et al., 2021). Sendo assim, a adesão passou a ser o fator de primordial atenção quando falamos de reabilitação e especificamente para restaurações indiretas, já que promove a

união do material restaurador ao elemento dental remanescente, garantindo a longevidade clínica do tratamento protético. Porém a superfície da zircônia dificulta a adesão, principalmente pelo fato do condicionamento ácido se mostrar ineficaz para essa cerâmica (Bottino et al., 2014). Como alternativa, diferentes protocolos de tratamento de superfície foram desenvolvidos, como a abrasão da superfície com partículas de alumina ou a silicatização por abrasão seguido da aplicação de *primers* ou cimentos à base de MDP (10-metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato) (Thompson et al., 2011; Melo et al., 2015).

Com o objetivo de melhorar a translucidez das zircônias odontológicas, a terceira geração de zircônia surgiu a partir de diferentes modificações microestruturais dessa cerâmica (Stawarczyk et al., 2012; Stawarczyk et al., 2016). O aumento gradativo da translucidez das zircônias se deve pelas mudanças nos parâmetros de temperatura e tempo dos ciclos de sinterização, mudanças na quantidade de alumina, no tamanho dos grãos e da estrutura dessa cerâmica. Deste modo, relatos de casos clínicos com zircônia de alta translucidez em região estética passaram a ser reportados como uma nova possibilidade terapêutica de sucesso clínico comprovado (Rabel et al., 2019; Souza et al., 2018; Rinke et al., 2022). No entanto, apesar da translucidez aumentada nesses materiais, o efeito das modificações citadas na resistência adesiva deste material ainda não foi amplamente estudado. Por se tratar de um material recente são poucos os resultados na literatura sobre sua adesão (Yagawa et al., 2018; Aung et al., 2019), demonstrando apenas que a aplicação de primer à base de MDP resulta em uma melhora na eficácia da adesão em zircônia translúcida (Shimizu et al., 2018; da Silva et al., 2021).

Além do material restaurador, a durabilidade de um sistema adesivo é um aspecto importante para a definição da longevidade de uma restauração, já que a degradação da interface adesiva promove a falha entre o material

restaurador e o elemento dental (Yang et al., 2005). Diferentes estudos mostram que a termociclagem é um ótimo método para avaliação da eficácia da adesão a longo prazo (Dal Piva et al., 2018; Schlueter et al., 2013).

Apesar do teste de microcisalhamento apresentar uma combinação entre tensão de cisalhamento e tração na interface adesiva (Tzanakakis et al., 2016), seu uso é amplamente difundido na odontologia. Este teste é definido pela aplicação de forças paralelas em uma superfície reduzida de interface adesiva, cujo valor de sua resistência é obtido pela relação da carga de descolamento pela área adesiva. Dentre os motivos de sua utilização está o fácil preparo dos espécimes a serem utilizados, a relativa simplicidade na realização do teste e a vantagem sobre o teste de microtração, já que no microcisalhamento não ocorre a incorporação de tensões residuais resultantes do preparo das amostras (McDonough et al., 2002; Van Noort et al., 1991).

Devido ao recém desenvolvimento das zircônias translúcidas, pouca informação está disponível na literatura sobre a sua resistência adesiva. Assim, o objetivo desse trabalho foi estudar o comportamento in vitro da resistência adesiva a longo prazo de zircônias com diferentes níveis de translucidez, bem como avaliação do comportamento adesivo após envelhecimento térmico. A hipótese nula consiste em que não haverá diferença entre as zircônias com diferentes níveis de translucidez para a resistência adesiva inicial e a longo prazo.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Os materiais odontológicos sempre foram um alvo pertinente da pesquisa dentro da odontologia, já que a sua evolução significa a concomitante evolução de procedimentos restauradores, levando ao aumento na longevidade de reabilitações e diversos tipos de tratamentos em saúde bucal que envolvem os materiais restauradores.

A prótese dentária acompanha essa constante evolução que, com o passar dos anos, se mostrou mais significativa. Novos materiais, que tinham o objetivo de sanar o problema causado por materiais utilizados anteriormente, surgiram no mercado e passaram a ser utilizados na odontologia como, por exemplo, a zircônia.

A presente revisão de literatura proposta tem por objetivo resumir os achados mais relevantes sobre o tema disponível na literatura científica.

2.1 Zircônia na odontologia

As diversas próteses dentro da odontologia restauradora sempre utilizaram diferentes materiais para sua confecção, sendo estes ao longo da história trazidos para a odontologia e aplicados principalmente devido a sua biocompatibilidade e ao seu desempenho mecânico. Baseado neste mesmo princípio, por muito tempo materiais metálicos foram introduzidos no meio clínico como uma alternativa restauradora (Lucas, Lemons, 1992). O seu uso foi amplamente difundido, porém com o passar do tempo novos materiais tiveram sua eficácia comprovada foram aceitos, definidos como alternativa restauradora,

dentre eles as cerâmicas (Höland et al., 2008).

As cerâmicas odontológicas foram inicialmente agregadas às restaurações metálicas, onde a sua estrutura interna é feita de metal e seu revestimento em cerâmica, porém com o passar do tempo cresceu a demanda por maior biocompatibilidade e melhorias estéticas (Bajraktarova-valjakova et al., 2018), surgindo as restaurações livres de metal, ou metal-free, que trouxeram consigo capacidades consideráveis em desempenho mecânico.

O zircônio, como um metal, foi descoberto em 1789 pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth e, posteriormente, profundamente estudado até que passou a ter aplicação biomédica, com sua primeira publicação em 1969 (Helmer, Driskell, 1969). Com o passar do tempo as pesquisas tiveram como objetivo o aprimoramento desse material, sendo desenvolvido o dióxido de zircônia, que pode ser encontrado em sua forma cúbica, tetragonal ou monoclinica, diferindo principalmente com relação a forma dos seus grãos. Posteriormente, a zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio, possuindo esta uma microestrutura composta por finos grãos, com 2 a 3% mol de óxido de ítrio (Y_2O_3) adicionado a zircônia como um agente de estabilização, caracterizada por ter biocompatibilidade tão satisfatória quanto ao descoberto anteriormente e maior resistência a fratura (Piconi, Maccauro, 1999; Vagkopoulou et al., 2009).

Atualmente há uma ampla difusão da zircônia na odontologia, abrangendo diversas áreas, podendo ser citado dentro das suas indicações a confecção de coroas múltiplas e unitárias, próteses fixas por meio do sistema CAD/CAM, pilares protéticos, implantes e bráquetes ortodônticos (Vagkopoulou et al., 2009). Porém, mesmo com a sua ampla difusão, se faz necessário salientar suas limitações, que estão envolvidas principalmente com sua elevada opacidade, podendo ser um problema em casos de reabilitação anterior por falta de translucidez, e sua resistência adesiva, que podem ocasionar

falhas na restauração cimentada (Stawarczyk et al., 2017; Zhang, Lawn, 2018).

Sendo assim, como uma possibilidade de solução para sua alta opacidade, surgem as zircônias translúcidas, que nada mais são do que uma nova geração de zircônias modificadas estruturalmente, possuindo alterações na quantidade de alumina, estrutura da cerâmica e tamanho dos grãos, algumas mudanças em parâmetros de temperatura e tempo de ciclos de sinterização (Stawarczyk et al., 2016).

Mesmo com sua disponibilidade recente na odontologia, já existem casos relatados na literatura que demonstram o uso das zircônias de alta translucidez em diversos tipos de caso, incluindo áreas estéticas, reforçando que o uso desse material para diferentes modalidades de tratamento pode ser tido como uma nova possibilidade de sucesso clínico (Rabel et al., 2019; Souza et al., 2018; Rinke et al., 2022), solucionando, assim, os problemas de utilização da zircônia por fatores estéticos.

2.2 Cimentação de cerâmicas policristalinas

As cerâmicas policristalinas surgiram após a modificação estrutural das cerâmicas vítreas, com o objetivo de aprimoramento das propriedades mecânicas por meio da adição de óxidos em diferentes concentrações, destacando-se o óxido de alumínio (Al_2O_3) (Mclaren, Figueira, 2015), e também em busca de translucidez, para que fosse alcançado o aprimoramento estético (Bruton, 1999).

Cerâmicas policristalinas à base de zircônia podem ser dispostas em três diferentes categorias de acordo com a sua característica microestrutural, sendo divididas em FSZ (*fully stabilized zirconia*), PSZ (*partially stabilized zirconia*) e TZP (*tetragonal zirconia polycrystals*). Cada categoria possui suas

peculiaridades microestruturais. Por meio da adição de magnésio ou óxido de cálcio podem ser obtidas a zircônia totalmente estabilizada, ou FSZ, que apresenta grãos tetragonais passíveis de transformação em sua fase cúbica, e também a zircônia parcialmente estabilizada, ou PSZ, que é constituída por partículas nanométricas em formas tetragonais ou monoclinicas. Dentro da odontologia, a zircônia mais comumente utilizada é a TZP, constituída em sua grande maioria por fase tetragonal e geralmente estabilizada por óxido de ítrio, que deu origem à zircônia tetragonal estabilizada com ítria, ou Y-TZP (Chevalier et al., 2009).

Quando falamos em odontologia restauradora atrelamos o sucesso clínico a inúmeros fatores, principalmente ao adequado preparo do remanescente dental que receberá a prótese e, fundamentalmente, ao processo de cimentação adesiva. Porém, cerâmicas policristalinas são classificadas como ácidorresistentes, visto que possuem minimização ou até mesmo ausência da matriz vítrea, tornando ineficiente assim a realização de condicionamento com ácido fluorídrico na superfície de zircônias (Bottino et al., 2014; Magne et al., 2010).

Atualmente algumas opções são utilizadas para a cimentação de restaurações cerâmicas ao remanescente dental, como cimentos de ionômero de vidro e cimentos resinosos. Entretanto, para cerâmicas policristalinas, como a zircônia, surgem algumas alternativas de protocolos que têm se mostrado mais eficientes como os tratamentos de superfície, por meio da sua abrasão com partículas de alumina ou a silicatização por abrasão seguido da aplicação de primers e uso de cimentos a base de MDP (10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato) (Melo et al., 2015; Bona et al., 2015).

Mesmo com a escassez de dados na literatura sobre resistência adesiva das zircônias translúcidas, a aplicação de primer a base de MDP também têm mostrado uma melhora significativa na eficácia da sua adesão (Shimizu et al.,

2018; Alammar, Blatz, 2022).

2.3 Teste de adesão em materiais dentários

Com o principal objetivo de verificar a eficácia de novos e diversos produtos e aprimoramento de técnicas adesivas de inúmeros materiais dentários são propostos dentro da literatura diferentes tipos de metodologia para a realização de testes de resistência adesiva, se destacando entre eles os testes de cisalhamento, microcisalhamento, tensão e microtensão. Todos esses testes são feitos mediante a aplicação de uma força para que seja gerada tensão até que a falha da interface adesiva ocorra, sendo alguns em escala macro e outros em micro.

O teste de microcisalhamento, selecionado para o presente estudo, consiste na aplicação de uma força paralela à interface adesiva, que gera o rompimento da união de um corpo aderido a um determinado substrato planejado, onde a força necessária para que a união seja rompida gera os valores de resistência adesiva (McDonough et al., 2002). Quando comparado ao mesmo teste em sua versão macro, apresenta valores mais altos e específicos de resistência adesiva devido a diminuição da sua interface, onde, de acordo com o padrão obtido, sugere-se que quanto maior a superfície da interface adesiva, menores serão os resultados obtidos em testes (Lopes et al., 2021). Sendo assim, apresenta maior especificidade nos resultados, já que a incidência de carga sobre a área adesiva é mais uniforme.

Para realização da incidência de carga sobre a interface adesiva foi selecionado um fio de aço, porém a mesma pode ser feita de diversas maneiras. Na literatura são encontradas algumas diferentes formas, entretanto,

independentemente da metodologia adotada, se faz necessário que a força seja incidida especificamente sobre a interface de modo uniforme, para que não haja distribuição heterogênea da mesma sobre a interface adesiva e os valores de resistência obtidos sejam confiáveis (Özcan, Bernasconi, 2015).

O teste de microcisalhamento demonstra uma maior capacidade de especificação de resultados dos efeitos de tratamento de superfície do que o teste de cisalhamento, apresenta maior confiabilidade nos seus resultados por não demonstrar defeitos homogêneos em sua interface adesiva, não apresenta falhas prematuras frequentes no processo de fabricação dos espécimes quando em comparação aos testes de tensão que podem gerar microtrincas na superfície da cerâmica, e há relativa simplicidade na sua realização (Özcan, Bernasconi, 2015; Bottino et al., 2014). Deste modo, apesar de suas limitações, a metodologia de testagem por microcisalhamento foi selecionada visando a maior precisão do teste e consequente confiabilidade de dados.

3 PROPOSIÇÃO

A proposição geral deste estudo é avaliar a resistência adesiva de quatro diferentes zircônias com um cimento resinoso, a confiabilidade adesiva dessa interface e sua susceptibilidade ao envelhecimento térmico. Os objetivos específicos a serem alcançados dentro do desenvolvimento deste estudo são: correlacionar a microestrutura e consequente translucidez das diferentes zircônias com a resistência adesiva com o cimento resinoso; avaliar o efeito da degradação térmica na interface adesiva das diferentes zircônias e cimento resinoso; e determinar a confiabilidade adesiva através da análise de Weibull.

A hipótese (H_0) do estudo consiste em que não haverá diferença entre as zircônias estudadas frente a resistência e confiabilidade adesiva inicial e a longo prazo com o cimento resinoso.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Preparo das amostras

Para o preparo das amostras foram utilizados quatro diferentes discos cerâmicos de zircônia (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) com diferentes níveis de translucidez e composição química (Quadro 1). Os discos foram levados em uma cortadeira de amostras circulares para obtenção de cilindros com 18 x 16 mm. Em seguida, os cilindros foram fixados em máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) com disco diamantado sob refrigeração constante, para seccionamento do cilindro e obtenção de espécimes circulares possuindo 3 mm de espessura.

Quadro 1 – Composição química das zircônias que foram utilizadas no presente estudo

Componentes <i>(Peso em %)</i>	YZ T 3Y-TZP	YZ HT 3Y-TZP	YZ ST 4Y-PSZ	YZ XT 5Y-PSZ
ZrO ₂	90 – 95	90 – 95	88 – 93	86 – 91
Y ₂ O ₃	4 – 6	4 – 6	6 – 8	8 – 10
HfO ₂	1 – 3	1 – 3	1 – 3	1 – 3
Al ₂ O ₃	0 – 1	0 – 1	0 – 1	0 – 1
Pigmentos	0 – 1	0 - 1	0 - 1	0 – 1

Fonte: Vita YZ Solutions – Working Instructions Manual.

Posteriormente as amostras tiveram suas superfícies regularizadas com lixas d'água de granulação crescente (#600, #800 e #1200), para que

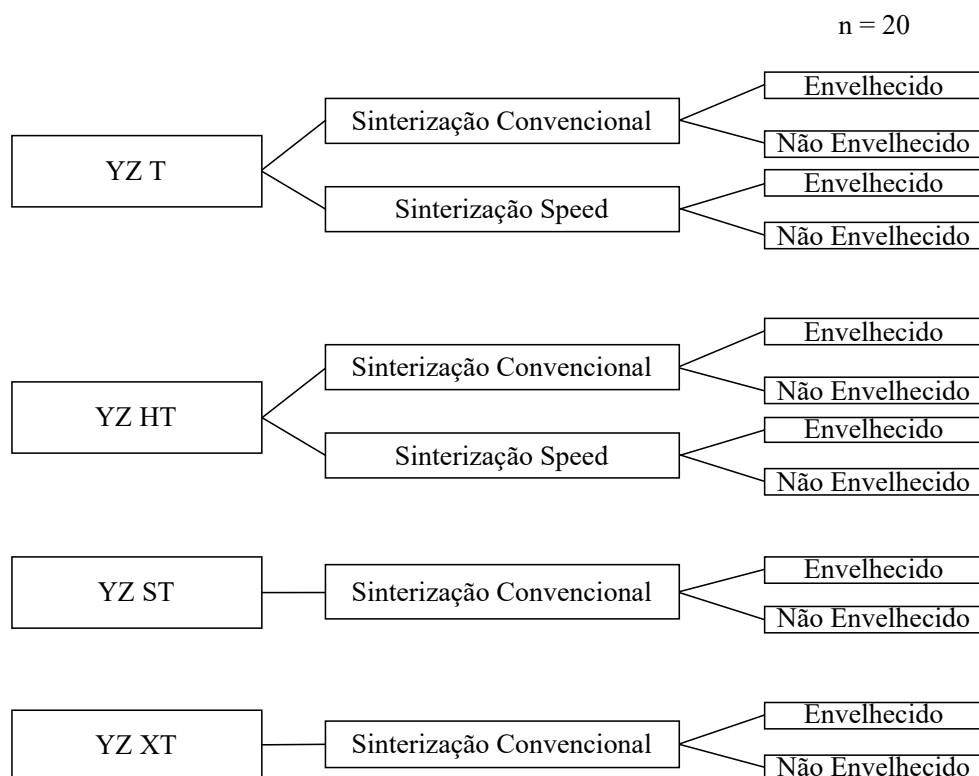
irregularidades provenientes do corte fossem removidas. As dimensões finais dos discos foram de 16 mm de diâmetro por 2,5 mm. Em seguida os discos foram limpos com banho ultrassônico em álcool isopropílico e água destilada por 2 minutos. Após a limpeza as amostras foram sinterizadas segundo o protocolo do fabricante para obtenção das propriedades mecânicas e ópticas finais. Para as zircônias YZ T e YZ HT, dois protocolos diferentes de sinterização foram utilizados para a confecção de outros grupos (Quadro 2). A divisão dos grupos pode ser encontrada na Figura 1. Considerando a contração volumétrica de 20% do volume, durante o processo de sinterização, discos com dimensões finais de aproximadamente 12 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram obtidos.

Quadro 2 – Parâmetros dos ciclos de sinterização indicados para cada uma das zircônias utilizadas no presente estudo

Programações	%	T ₀ °C	 min.	 °C/min.	T ₁ °C	 min.	 °C	%
YZ T	100	25	88:32	17	1530	120:00	200	100
YZ T Rápida	Restaurações de até 14 unidades podem ser sinterizadas no VITA ZYRCOMAT 6000MS/6100 MS no modo rápido em 80 minutos.							
YZ HT	100	25	83:49	17	1450	120:00	200	100
YZ HT Rápida	Restaurações de até 14 unidades podem ser sinterizadas no VITA ZYRCOMAT 6000MS/6100 MS no modo rápido em 80 minutos.							
YZ ST	100	25	188:08	8	1530	120:00	200	100
YZ XT	100	25	356:15	4	1450	120:00	200	100

Fonte: Vita YZ Solutions – Working Instructions Manual.

Figura 1 – Fluxograma da distribuição dos grupos



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2 Preparo da superfície e construção do cilindro

Seguindo o protocolo de tratamento superficial do fabricante, todas as amostras receberam jateamento com Al_2O_3 50 μm , a uma distância de 1 cm, 2 bar e 2 s/cm² (Figura 3). As amostras foram limpas com banho ultrassônico em álcool isopropílico e água destilada por 2 minutos e em seguida foi realizada a aplicação de silano (Monobond N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) em sua superfície e a construção de um cilindro de cimento resinoso (Multilink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na superfície da cerâmica ($\varnothing = 1\text{mm}$ e $h = 2\text{mm}$) (Figuras 2 e 4). O número total de amostras confeccionadas por grupo

(n=20) foi baseado no cálculo amostral levando em consideração 95% de confiabilidade para diferença dos grupos. As pastas base e catalisadora foram misturadas conforme a recomendação do fabricante e o material colocado em matrizes de silicone com a ajuda de uma seringa de injeção (Centrix, Nova DFL, Rio de Janeiro, Brasil) (Figura 5) e fotopolimerizada por 60 segundos (1200mW/cm^2 – Radii Cal, SDI, Australia) (Figuras 6 e 7). Logo após, as matrizes foram removidas com a ajuda de uma lâmina de bisturi (Figura 8).

4.3 Armazenamento das amostras e envelhecimento térmico

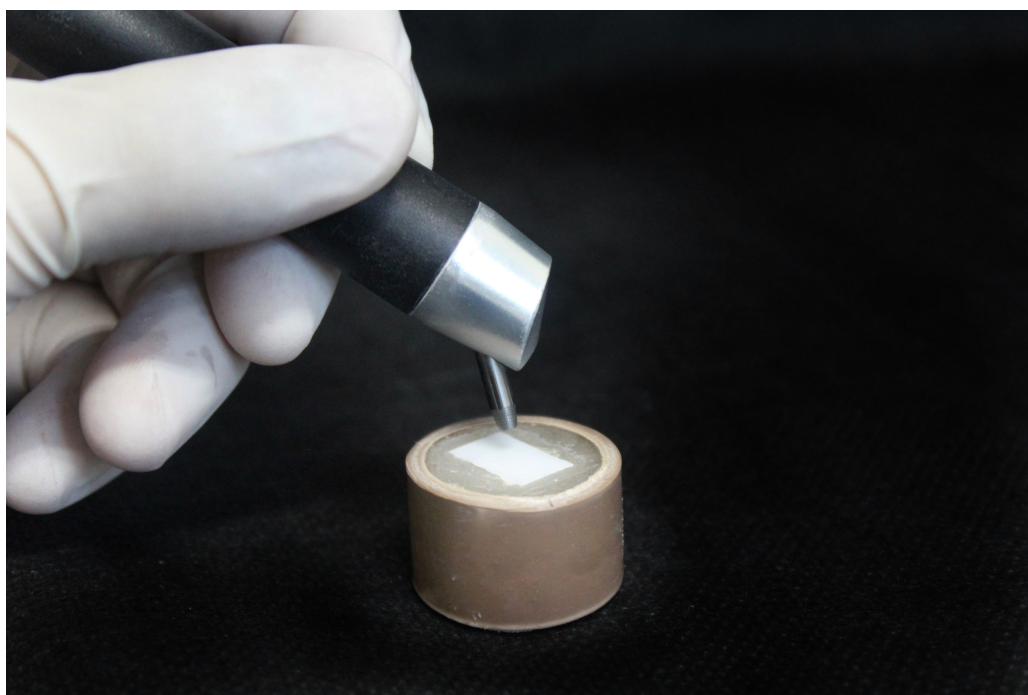
Metade das amostras foram colocadas em água destilada, armazenadas em estufa a 37°C e submetidas a teste de microcisalhamento após 24 horas. A outra metade dos espécimes foi submetida, imediatamente após a cimentação, ao envelhecimento térmico durante 6.000 ciclos (Hjerppe et al., 2020) com banhos de 5°C e 55°C , com 30 segundos de duração a cada banho. Após a termociclagem, os espécimes envelhecidos foram armazenados em estufa a 37°C e posteriormente submetidos ao teste de microcisalhamento. A Figura 9 demonstra em resumo gráfico o delineamento do experimento, do preparo das amostras até o ensaio.

Figura 2 - Cimento resinoso utilizado



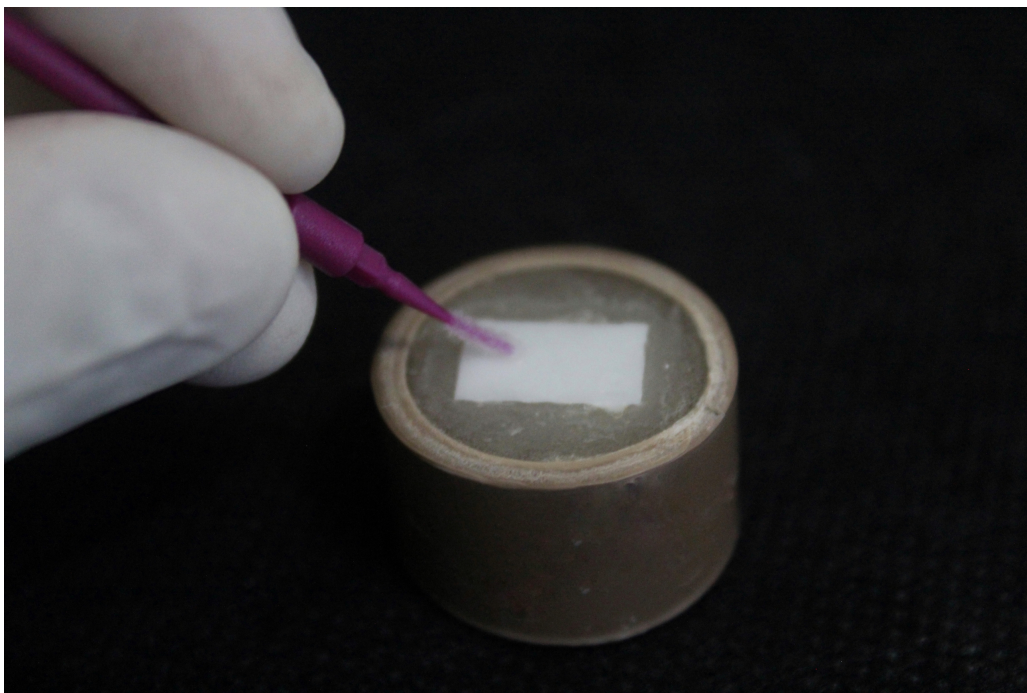
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 3 - Jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3) sobre a superfície da cerâmica



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 4 - Aplicação do silano sobre a superfície da zircônia



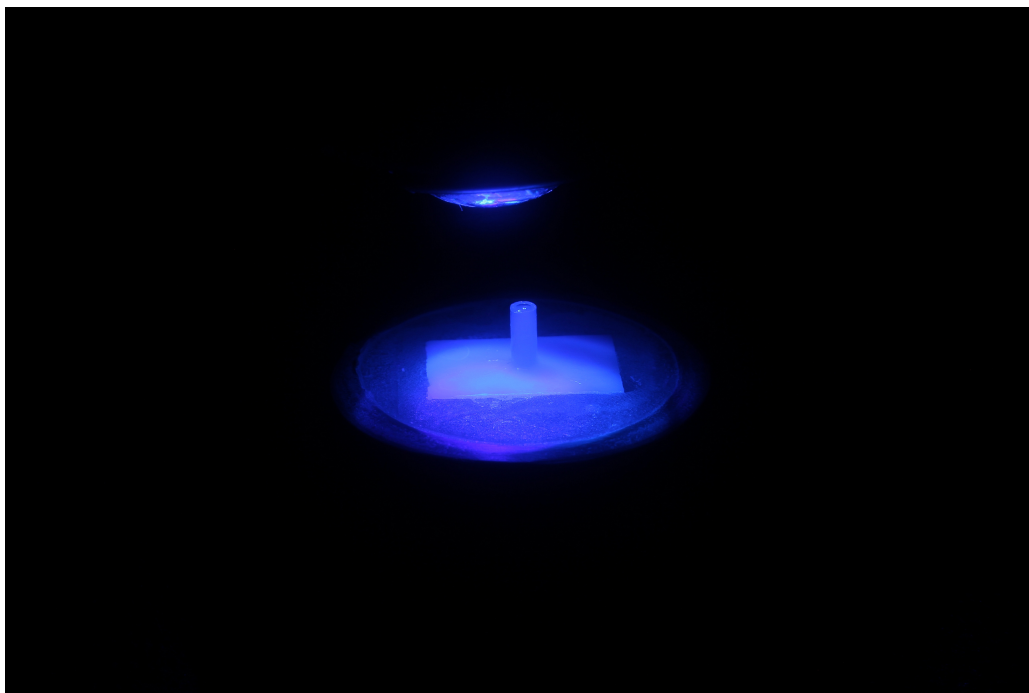
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 5 - Mistura de pastas base e catalisadora com ponta misturadora e aplicação na matriz de silicone para construção do cilindro de cimento resinoso



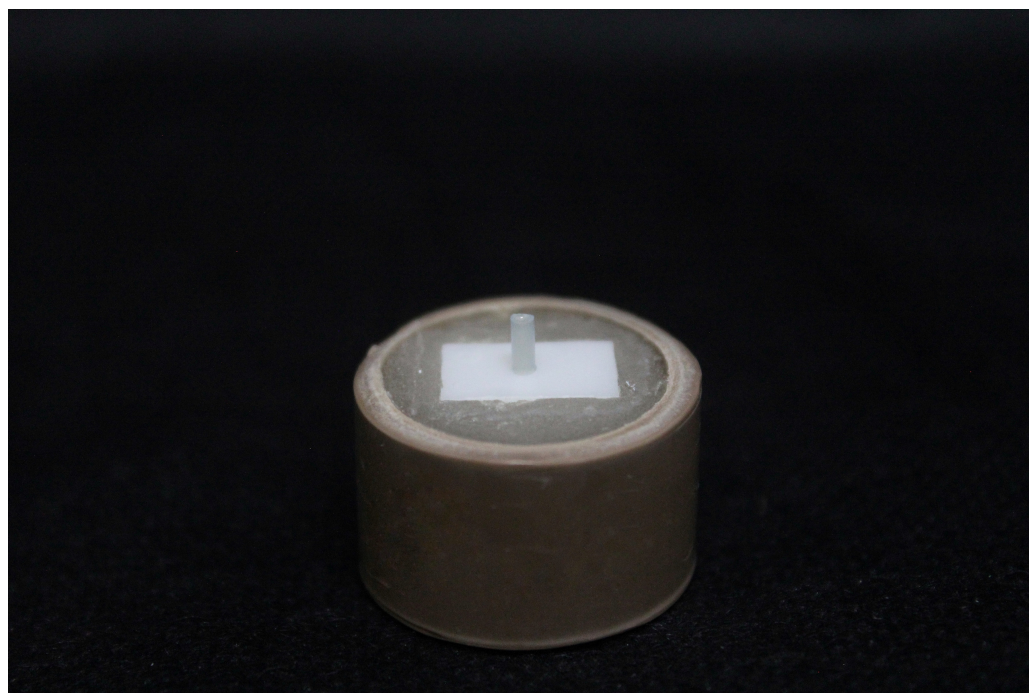
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 6 - Fotopolimerização do cilindro de cimento resinoso por 60 segundos



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 7 - Cilindro de cimento resinoso em matriz de silicone após a fotopolimerização



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 8 - Cilindro de cimento resinoso sobre a superfície da zircônia após a remoção da matriz de silicone



Fonte: Elaborada pelo autor.

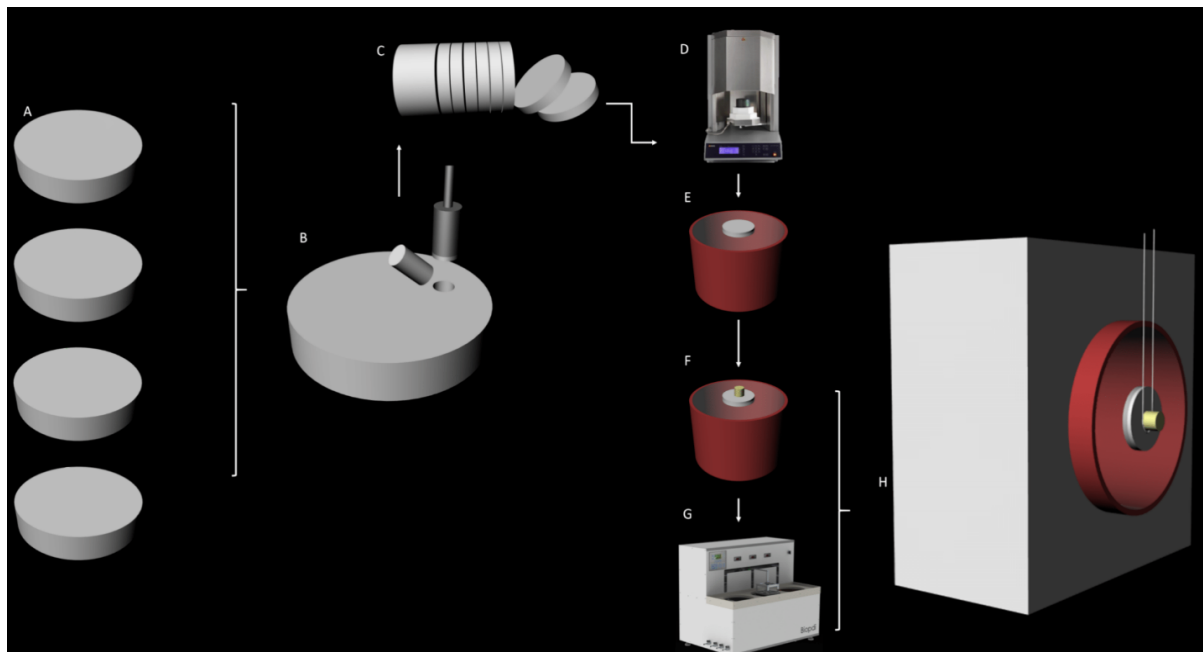
4.4 Teste de microcisalhamento

O teste de microcisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaio universal (DL-1000 EMIC, São José dos Campos, Brasil), e a carga foi aplicada sobre a base do cilindro através de um fio de aço (0,3 mm de diâmetro) na velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 25 Kgf até que o espécime fosse fraturado. A resistência adesiva foi calculada pela fórmula:

$$R = F/A$$

onde R = Resistência adesiva (MPa); F = Força (N); e A = Área da interface (mm²).

Figura 9 - Resumo gráfico do processo de preparo das amostras até o ensaio



Legenda: A) Seleção de quatro zircônias com diferentes níveis de translucidez, B) Corte circular do disco para obtenção de cilindros, C) Secção do cilindro em espécimes de menor espessura, D) Sinterização dos espécimes, E) Colocação das amostras em plano horizontal, F) Preparo da superfície da cerâmica e confecção do cilindro de cimento resinoso na superfície, G) Envelhecimento térmico de metade das amostras e H) Teste de microcisalhamento para obtenção da resistência adesiva das amostras envelhecidas e não envelhecidas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.5 Análise de falhas

As superfícies dos espécimes fraturados foram examinadas em estereomicroscópio (Stereo Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Germany) e os tipos de falha classificados em: A) Adesiva na interface entre cerâmica e cimento; B) Coesiva da cerâmica; C) Coesiva do cimento; D) Mista (adesiva na interface entre cerâmica e cimento + falha coesiva do cimento). Em seguida,

para cada grupo, amostras representativas foram analisadas quanto à sua morfologia superficial e para isso foi utilizado o microscópico eletrônico de varredura (MEV, Inspect S 50, FEI Company, Brno, República Tcheca).

4.6 Análise estatística

Os dados de resistência adesiva foram mensurados em quilograma força (KgF), convertidos em Mega Pascal (MPa) foram testados quanto a normalidade para cada um dos grupos. Em seguida foi realizada estatística pertinente para comparação entre os fatores “material” e “envelhecimento”. Após ter a normalidade comprovada o teste paramétrico utilizado foi análise de variância dois fatores – ANOVA e teste de Tukey, ambos com nível de significância de 5%.

Para a determinação da confiabilidade da união adesiva foi realizada a análise de Weibull através do método dos mínimos quadrados, também com nível de significância de 5%. Com essa distribuição, foram determinados o módulo de Weibull, que representa a homogeneidade ou confiabilidade das interfaces adesivas, e a resistência adesiva característica, que é a resistência em que 63,2% das interfaces adesivas irão falhar (Arenas et al., 2020).

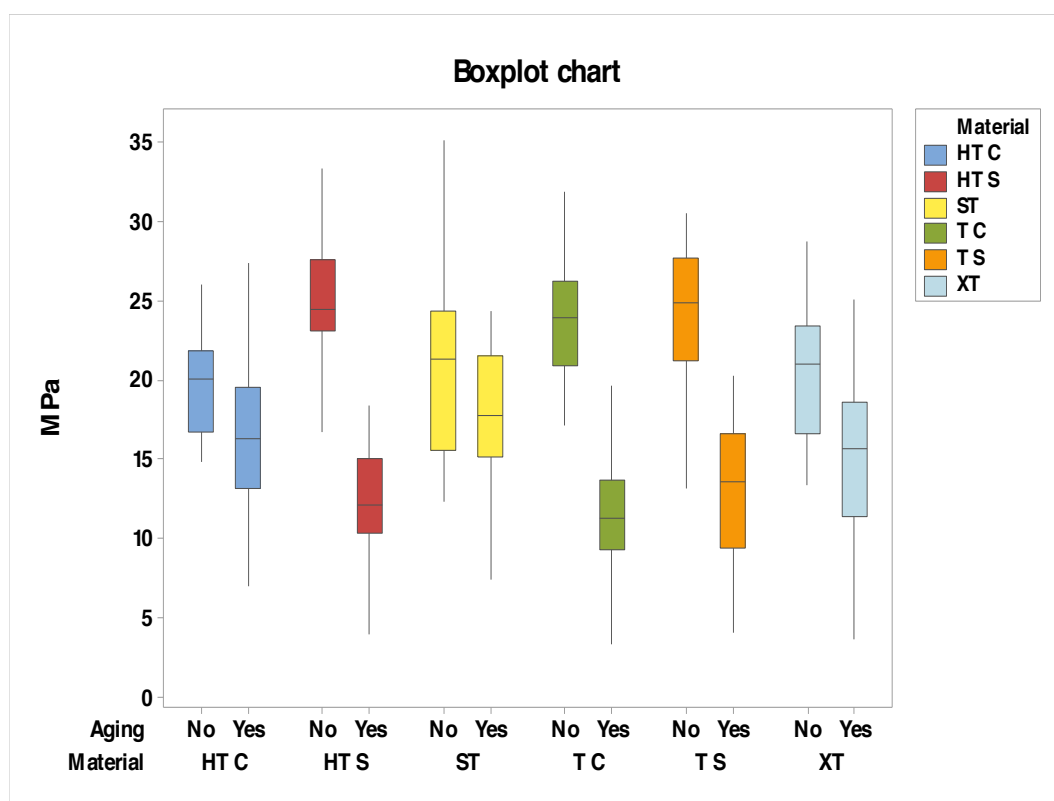
5 RESULTADO

5.1 Resistência de união

Foi realizada uma análise estatística descritiva que estão representados na Figura 10. Após a análise inferencial com ANOVA 2-fatores (material e envelhecimento), foi possível observar que não houve diferença estatística para o fator “material” ($p=0,551$) isoladamente, entretanto houve diferença estatística para o fator “envelhecimento” e para a interação entre ambos os fatores ($p=0,001$).

A Tabela 1 mostra os resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%). As zircônias HT com sinterização rápida, T (ambas as sinterizações) e a XT apresentaram resultados de resistência adesiva inferiores após o envelhecimento. A zircônia HT com sinterização rápida apresentou maior resistência de união do que a HT sinterizada de forma convencional sem envelhecimento, já a zircônia T e a HT envelhecida não mostraram diferenças estatísticas quanto à forma de sinterização (convencional x rápida).

Figura 10 - Gráfico de barras da média de resistência de união de todos os grupos de estudo



Legenda: a) “Aging” indica o fator de envelhecimento. b) C – sinterização convencional; S – sinterização rápida.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 1 - Média, desvio-padrão e teste de Tukey dos valores de resistência de união de acordo com os grupos. Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste proposto

(continua)

Envelhecimento	Grupo	Média ± DesvPad	Agrupamento (Tukey 95%)
Não envelhecido	HT Rápida	24,38 ± 5,41	A
	T Rápida	24,02 ± 5,00	A B
	T	23,99 ± 3,92	A B

Tabela 1 - Média, desvio-padrão e teste de Tukey dos valores de resistência de união de acordo com os grupos. Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste proposto

(conclusão)

Envelhecimento	Grupo	Média ± DesvPad	Agrupamento (Tukey 95%)
Não envelhecido	ST	21,15 ± 6,09	A B C
	XT	20,39 ± 4,21	A B C
	HT	19,28 ± 4,48	B C D
Envelhecido	ST	17,52 ± 4,22	C D E
	HT	16,32 ± 5,18	C D E F
	XT	14,68 ± 6,15	D E F G
	T Rápida	12,76 ± 4,35	E F G
	HT Rápida	12,14 ± 3,90	F G
	T	11,15 ± 3,87	G

Legenda: Letras diferentes indicam $p < 0,05$.

Fonte: Elaborada pelo autor.

De acordo com a análise de Weibull, todos os materiais apresentaram resultados semelhantes estatisticamente (Tabela 2) quanto a resistência característica. Entretanto, de acordo com a interposição dos intervalos de confiança, observamos que o grupo HT de sinterização convencional, ST e XT apresentaram maior módulo de Weibull que as demais zircônias, mas a XT é

estatisticamente semelhante às demais.

Tabela 2 - Dados da análise de Weibull

Material	Módulo de Weibull	IC módulo	Resistência característica (σ_0)	IC σ_0
T	$2,31 \pm 0,23$ B	1,89 – 2,81	$17,44 \pm 1,02$	15,54 – 19,58
T sinterização rápida	$2,57 \pm 0,26$ B	2,11 – 3,14	$18,64 \pm 0,98$	16,80 – 20,67
HT	$3,94 \pm 0,40$ A	3,22 – 4,82	$19,12 \pm 0,65$	17,87 – 20,45
HT sinterização rápida	$2,40 \pm 0,24$ B	1,97 – 2,93	$18,33 \pm 1,03$	16,41 – 20,48
ST	$3,84 \pm 0,35$ A	3,19 – 4,60	$20,63 \pm 0,73$	19,24 – 22,12
XT	$3,06 \pm 0,32$ AB	2,48 – 3,77	$18,51 \pm 0,81$	16,98 – 20,17

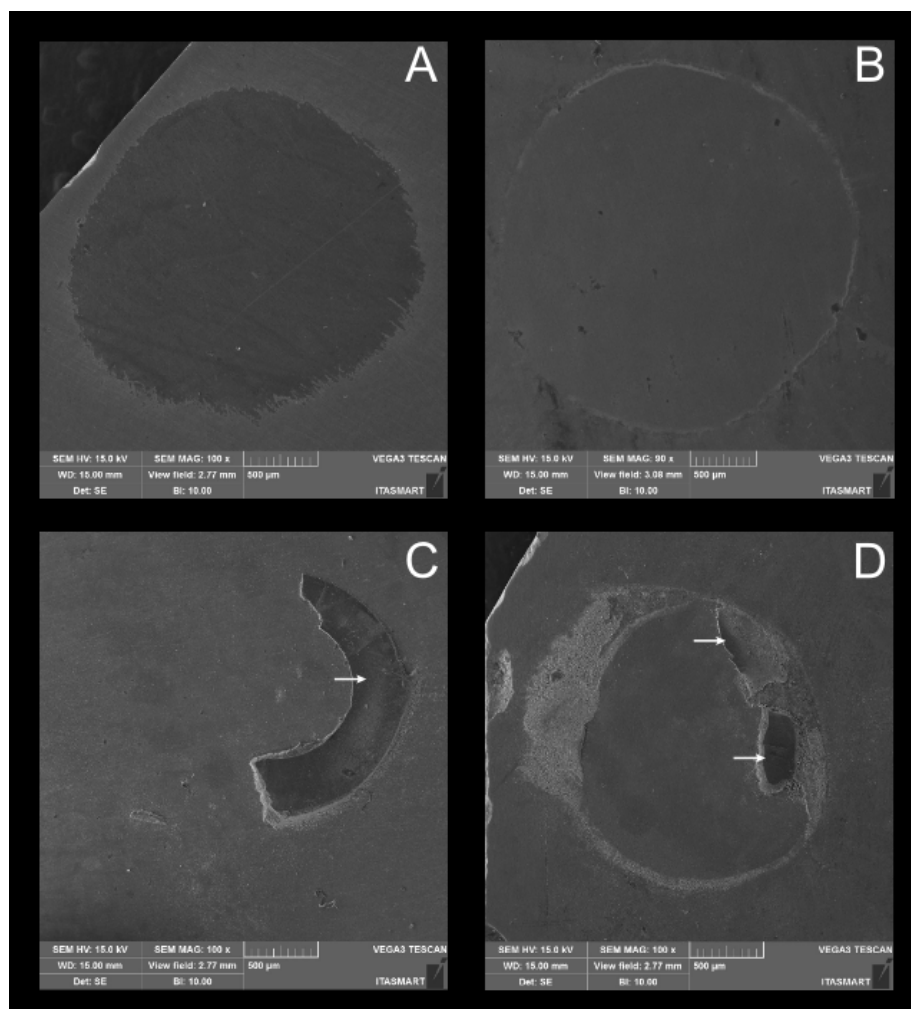
Legenda: IC indica o intervalo de confiança.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2 Análise de falhas

Todas as amostras foram observadas em estereomicroscópio para classificação das falhas. Desta forma, não foram encontradas falhas coesivas das cerâmicas e nem do cimento resinoso. Mas foram encontradas falhas adesivas e falhas mistas. Espécimes representativos foram observados em MEV para exemplificar os dois tipos de falha (Figura 11). Não foi possível identificar nenhum padrão de falha de acordo com os grupos de estudo, as falhas foram em sua maioria 100% adesivas, com falhas mistas esporádicas e semelhantes entre todos os grupos.

Figura 11 - Imagens representativas dos tipos de falha em microscópio eletrônico de varredura (MEV)



Legenda: A e B mostram exemplos de falhas adesivas nas zircônias HT de sinterização rápida (3Y-TZP) e XT (5Y-PSZ), respectivamente. C e D mostram exemplos de falhas mistas em que as setas apontam as frações de falha coesiva do cimento resinoso nas zircônias HT sinterizada convencionalmente (3Y-TZP) e ST (4Y-PSZ), respectivamente.

Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

O presente estudo teve como objetivos caracterizar e avaliar a resistência adesiva de zircônias com diferentes níveis de translucidez submetidas ao teste de microcisalhamento, com e sem envelhecimento térmico, e também determinar a confiabilidade adesiva de cada uma das interfaces propostas. De acordo com a análise dos resultados obtidos, foi possível perceber que o único grupo que mostrou os valores de resistência semelhantes antes e após o envelhecimento foram as zircônias ST (4Y-PSZ) e HT sinterizada convencionalmente (3Y-TZP), todos os demais grupos tiveram menores valores de resistência de união após a termociclagem. Também foi possível observar que o tipo de sinterização, seja rápida ou convencional, não afetou a resistência de união das zircônias HT e T após o envelhecimento, já que os valores obtidos foram muito semelhantes independente do modo de sinterização utilizado. Entretanto, antes do envelhecimento, a zircônia HT sinterizada em modo rápido possui maior valor de resistência adesiva que a HT sinterizada convencionalmente. Sendo assim, os resultados obtidos demonstram que a hipótese desse estudo foi rejeitada, já que houve diferença na resistência de união entre as zircônias de diferentes níveis de translucidez.

Uma das principais limitações da zircônia é a estética, apresentando elevada opacidade, sendo resultado da interação de grãos de zircônia ($\sim 0,4 \mu\text{m}$) com o comprimento de onda da luz ($\sim 0,1\text{-}0,7 \mu\text{m}$), da incompatibilidade do índice de refração entre as partículas de grão e matriz, e da presença de fases monoclinica, cúbica e tetragonal que apresentam diferentes índices de refração, o que faz com que a luz refletida no material seja espalhada ao invés de passar pelo mesmo, gerando, assim, a sua característica opaca (Ghodsi, Jafarian, 2018). O aumento da translucidez nesses materiais surge então como uma alternativa

para solucionar essa limitação, sendo alcançado de acordo com mudanças graduais e microestruturais da cerâmica, onde a mudança nos parâmetros de temperatura e tempo dos ciclos de sinterização, mudança na quantidade de alumina, na estrutura da cerâmica e tamanho dos grãos são os principais fatores responsáveis pela diminuição da opacidade (Stawarczyk et al., 2012; Stawarczyk et al., 2016). Quando pensamos em contexto clínico é possível concluir que o fator translucidez está diretamente associado a estética, o que é primordial ao paciente em um contexto reabilitador. Em referência a zircônia, sabe-se que é um material com propriedades mecânicas excepcionais, sendo assim, o efeito esperado a partir das alterações estruturais é de que a zircônia, em diferentes níveis de translucidez, atenda às expectativas tanto do paciente como do cirurgião-dentista.

A zircônia T (3Y-TZP) utilizada no presente estudo se difere em nível de opacidade de uma zircônia comum, é classificada como primeira geração de 3Y-TZP. De acordo com as informações dispostas pelo fabricante, a zircônia T pode ser sinterizada em dois modos, rápida (80 minutos) e convencional (~ 12 horas). Kaizer et al. (2017) mostrou que a velocidade de sinterização pode alterar a microestrutura da cerâmica, suas propriedades físicas e seu comportamento frente ao desgaste (Kaizer et al., 2017). Com base nisso, seria possível esperar uma resistência de união diferente, porém parece inconclusivo, à luz dos dados apresentados na literatura, dizer se a resistência de união seria aumentada ou diminuída, uma vez que há poucos dados sobre resistência adesiva em diferentes ciclos de sinterização desta zircônia. Assim, pode-se observar que o comportamento adesivo foi semelhante para esta zircônia independente do ciclo de sinterização e que mais estudos são necessários para uma conclusão concisa sobre a comparação dos dados de resistência de união entre os diferentes ciclos de sinterização.

Franco-tabares e colaboradores avaliaram, por meio do teste de

cisalhamento, a resistência adesiva antes e após envelhecimento térmico com 10,000 ciclos e passos semelhantes de cimentação. Os valores médios de resistência adesiva obtidos para 3Y-TZP foram ligeiramente abaixo dos dados obtidos no presente estudo, sendo 18,11 MPa antes e 6,58 MPa após o envelhecimento (Franco-tabares et al., 2019). Entretanto, vale ressaltar que o teste de cisalhamento, em modo macro, apresenta maior probabilidade de defeitos na interface adesiva (Otani et al., 2015) e, não obstante, o estudo citado teve a realização de mais ciclos térmicos quando comparado ao presente estudo, sendo assim, estes dois fatores contribuem para a obtenção de valores menores de resistência adesiva, ao passo que confirmam o padrão de diminuição na resistência adesiva após a realização da termociclagem.

A zircônia HT (3Y-TZP) é a segunda geração de 3Y-TZP, apresentando redução no número e tamanho dos grãos de alumina (Al_2O_3) e, conseqüentemente, sua realocação na estrutura da cerâmica, ocasionando o aumento na translucidez quando em comparação com a primeira geração (Stawarczyk et al., 2017). Esta zircônia também pode ser sinterizada em dois modos, rápido e convencional, sendo possível observar que na sinterização convencional não houve degradação térmica da interface como houve na sinterização em modo rápido, em que o valor da resistência de união foi bastante reduzido após o envelhecimento térmico. Os resultados de resistência adesiva da segunda geração da zircônia 3Y-TZP após o envelhecimento obtidos neste estudo corroboram com os dados de Yamamoto e colaboradores que, após envelhecimento térmico e condições de cimentação semelhantes aos deste estudo encontraram resultados compatíveis para os testes de cisalhamento (Yamamoto et al., 2016).

A zircônia ST (4Y-PSZ), de acordo com o fabricante, não apresenta indicação de sinterização em modo rápido, apenas de forma convencional. A zircônia 4Y-PSZ difere da primeira e segunda geração da zircônia 3Y-TZP

devido à sua composição química e por possuir maior translucidez do que as gerações anteriores, alcançada por meio da introdução de fase cúbica opticamente isotrópica com teor mais alto de ítria para sua estabilização (Ruales-Carrera et al., 2019). Essa zircônia apresentou resistência de união semelhante antes e após o envelhecimento. O estudo de Franco-tabares e colaboradores encontrou valores muito menores como média de sua resistência após a termociclagem (Franco-tabares et al., 2019), entretanto vale-se da mesma justificativa sobre o número de ciclos utilizados e a especificidade do teste escolhido, mantendo-se o padrão de diminuição após envelhecimento térmico para a zircônia 4Y-PSZ.

A zircônia XT (5Y-PSZ) também disponibiliza apenas do modo de sinterização convencional. É caracterizada por ser a zircônia mais translúcida entre as gerações, pois apresenta 5% mol de ítria com tamanho de grão reduzido e maior quantidade de fase cúbica (Stawarczyk et al., 2017), em detrimento de sua resistência mecânica que, em decorrência da pequena quantidade da transformação de cristais, acaba se tornando menor do que outras gerações.

A média da resistência de união obtida dessa zircônia corrobora com outros estudos da literatura (Franco-tabares et al., 2019; De Angelis et al., 2020). Após o procedimento de envelhecimento térmico houve a redução da média para 5Y-PSZ, onde os valores obtidos também acompanharam o que já pode ser encontrado na literatura, como o estudo de Chen e colaboradores, que encontrou redução na resistência de união média após a realização de 10,000 ciclos térmicos e teste de cisalhamento (Chen et al., 2020).

Além do material restaurador, a durabilidade de um sistema adesivo é um aspecto importante para a definição da longevidade de uma restauração, já que a degradação da interface adesiva promove a falha entre o material restaurador e o elemento dental (Yang et al., 2005). Diferentes estudos mostram que a termociclagem é um ótimo método para avaliação da eficácia da adesão a

longo prazo (Dal Piva et al., 2018; Schlueter et al., 2013). O teste de microcisalhamento é um dos possíveis métodos a serem utilizados quando testamos a resistência adesiva dos materiais (Shimada et al., 2002), sendo esquematicamente igual ao teste de cisalhamento, porém realizado em uma escala menor e tendo, conseqüentemente, a força incidente sobre o material mais concentrada, o que confere mais especificidade e confiabilidade aos dados obtidos. Esse teste tem sua utilização difundida pela simplicidade na realização, o fácil preparo dos espécimes a serem utilizados e, ainda, uma vantagem considerável sobre o teste de microtração, já que no microcisalhamento não há a incorporação de tensões residuais que são resultado do preparo das amostras e que poderiam gerar microtrincas nas amostras (McDonough et al., 2002; Van Noort et al., 1991). No presente estudo, o dispositivo utilizado para a aplicação de força sobre o cimento resinoso foi um fio de aço de 0,3 mm de diâmetro ao invés do cinzel, já que este produz uma concentração de tensão maior durante a incidência de força, podendo eventualmente apresentar resultados de resistência adesiva menos superestimados (Braga et al., 2010).

O estudo da adesão dos diferentes materiais odontológicos se faz necessário para que haja validação científica sobre o uso de um determinado material, onde sua resistência adesiva deve mostrar-se satisfatória para que seja utilizado. Também para que possam ser aprimoradas as técnicas para obtenção de melhores resultados ou que os próprios materiais em questão possam ter sua composição alterada de acordo com as necessidades clínicas apresentadas. A zircônia é um material comumente citado por apresentar uma adesão insatisfatória devido a sua resistência ao ácido fluorídrico, que está diretamente ligada a minimização ou ausência de matriz vítrea. Diferentes formas de tratamento de superfície já foram sugeridas na tentativa de solucionar a limitação adesiva desta cerâmica, uma delas é a abrasão da superfície por meio de partículas de ar utilizando Al_2O_3 , que se mostra eficaz. Ao tratarmos sobre a

cimentação da zircônia, dentre diferentes métodos já combinados, a abrasão da superfície associada a aplicação de primers ou cimentos a base de MDP (10-metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato) obteve resultados satisfatórios quando submetido a testes de resistência adesiva (Ruales-Carrera et al., 2019; Özcan, Bernasconi, 2015).

A termociclagem teve por função trazer a simulação do ambiente bucal de um paciente, caracterizada por promover um tipo de envelhecimento sobre o material estudado. Neste estudo foi possível notar a diminuição da resistência adesiva frente ao teste de microcisalhamento quando as zircônias HT (3Y-TZP) com sinterização rápida, T (3Y-TZP) (ambas as sinterizações) e XT (5Y-PSZ) foram submetidas ao envelhecimento térmico. Sabe-se que durante a termociclagem ocorre difusão da água, transferência térmica e certa tensão na interface adesiva que tendem a acelerar a degradação hidrolítica das estruturas de polímeros adesivos, diminuindo, conseqüentemente, a adesão de cimentos resinosos à zircônias (Magne et al., 2018), o que corrobora com dados de estudos anteriormente citados, sendo possível perceber certa redução nos valores de resistência adesiva após a realização de ciclos térmicos e submissão a testes adesivos (Franco-tabares et al., 2019; Chen et al., 2020).

Alguns fatores acabam trazendo certa dificuldade de elucidação e especificidade dos dados, como a falta de padronização dos testes de resistência adesiva e a grande quantidade de estudos com diferentes protocolos de envelhecimento térmico. O uso limitado de técnicas de tratamento de superfície, a realização de apenas uma modalidade de teste de resistência adesiva, a utilização de um único tipo de cimento e um número específico de ciclos térmicos são fatores limitantes encontrados neste estudo. Sendo assim, mais estudos são necessários para melhor entendimento e conclusões mais específicas da diferença do comportamento adesivo entre diferentes gerações de zircônia com diferentes níveis de translucidez.

De acordo com os achados deste estudo, é possível concluir que a resistência adesiva a longo prazo de materiais a base de zircônia policristalina pode ser influenciada pelo nível de translucidez do material. Dentre todas as zircônias submetidas ao microcissalhamento, a zircônia HT (3Y-TZP) de ciclo rápido e sem envelhecimento térmico foi a que obteve melhor resultado de resistência adesiva. Dentre as amostras envelhecidas, a zircônia ST (4Y-PSZ) foi a que obteve melhor resultado de resistência adesiva. Considerando a resistência adesiva das zircônias avaliadas, é recomendável a utilização do ciclo rápido quando possível, neste caso apenas para as zircônias T (3Y-TZP) e HT (3Y-TZP), já que ambas apresentaram a resistência adesiva semelhante aos materiais sinterizados pelo ciclo convencional, dessa forma o tempo do cirurgião-dentista ou do laboratório de prótese dentária pode ser otimizado em casos de reabilitação com a utilização desses materiais. Dos materiais avaliados, as zircônias HT e ST apresentaram maior estabilidade na resistência adesiva em longo prazo. No entanto, a zircônia XT (5Y-PSZ), apesar de afetada pelo envelhecimento, apresenta resistência adesiva similar a zircônia ST após o envelhecimento.

O módulo de Weibull representa a confiabilidade estrutural, neste caso, quando baseado nos valores de resistência de união irá representar a confiabilidade da interface adesiva. Já a resistência característica representa a probabilidade de 63,2% das interfaces irão falhar (Ramos et al., 2020). Essas estimativas são muito utilizadas para análise de materiais cerâmicos, pois torna-se possível determinar a confiabilidade de acordo com os defeitos intrínsecos e/ou superficiais desses materiais. Entretanto, essa estimativa não é largamente usada nos estudos de resistência adesiva, apesar de ser valiosa para prever sobre o comportamento de uma interface adesiva. Com base nos presentes resultados, pode-se notar que a confiabilidade adesiva segundo o módulo de Weibull é superior para a 3Y-TZP (HT convencional) e 4Y-PSZ (ST).

7 CONCLUSÃO

Baseado em todas as informações fornecidas por este estudo e mesmo com suas limitações, é possível concluir que o modo de sinterização (rápida ou convencional) não afetou a resistência de união das zircônias e a confiabilidade adesiva das zircônias a longo prazo. Também que a resistência adesiva a longo prazo de materiais a base de zircônia policristalina é diferente dependendo do nível de translucidez da zircônia. Por último, conclui-se que as zircônias HT (3Y-TZP) sinterizada convencionalmente e a ST (4Y-PSZ) possuem maior nível de confiabilidade adesiva do que as demais zircônias estudadas.

REFERÊNCIAS*

- Alammar A, Blatz MB. The resin bond to high-translucent zirconia-A systematic review. *J Esthet Restor Dent*. 2022 Jan;34(1):117-35. doi: 10.1111/jerd.12876. Epub 2022 Jan 24. PMID: 35072329.
- Arenas JM, Narbon JJ, Alia C. Optimum adhesive thickness in structural adhesives joints using statistical techniques based on Weibull distribution. *Int J Adhes Adhes*. 2010;30(3):160–5. doi: 10.1016/j.ijadhadh.2009.12.003.
- Aung SSMP, Takagaki T, Lyann SK, Ikeda M, Inokoshi M, Sadr A, et al. Effects of alumina-blasting pressure on the bonding to super/ultra-translucent zirconia. *Dent Mater*. 2019 May;35(5):730-9. doi:10.1016/j.dental.2019.02.025. Epub 2019 Feb 28. PubMed PMID: 30826073.
- Bajraktarova-Valjakova E, Korunoska-Stevkovska V, Kapusevska B, Gigovski N, Bajraktarova-Misevska C, Grozdanov A. Contemporary dental ceramic materials, a review: chemical composition, physical and mechanical properties, indications for use. *Open Access Maced J Med Sci*. 2018 Sep 24;6(9):1742-1755. doi: 10.3889/oamjms.2018.378. PMID: 30338002.
- Ban S. Chemical durability of high translucent dental zirconia. *Dent Mater J*. 2020 Jan 31;39(1):12-23. doi: 10.4012/dmj.2019-109. Epub 2019 Sep 11. PMID: 31511477.
- Bona AD, Pecho OE, Alessandretti R. Zirconia as a dental biomaterial. *Materials (Basel)*. 2015 Aug 4;8(8):4978-91. doi: 10.3390/ma8084978. PMID: 28793485; PMCID: PMC5455532.
- Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SM, Souza RO, Valandro LF. Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. *Oper Dent*. 2014 May-Jun;39(3):291-300. doi: 10.2341/12-235-L. Epub 2013 Oct 22. PMID: 24147749.
- Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e38-49. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.150. Epub 2009 Dec 11. PMID: 20004960.
- Brunton PA, Smith P, McCord JF, Wilson NH. Procera all-ceramic crowns: a new approach to an old problem? *Br Dent J*. 1999 May 8;186(9):430-4. doi: 10.1038/sj.bdj.4800134. PMID: 10365489.

Chen B, Yan Y, Xie H, Meng H, Zhang H, Chen C. Effects of tribochemical silica coating and alumina-particle air abrasion on 3Y-TZP and 5Y-TZP: evaluation of surface hardness, roughness, bonding, and phase transformation. *J Adhes Dent*. 2020;22(4):373-82. doi: 10.3290/j.jad.a44868. PMID: 32666063.

Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The Tetragonal-Monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc*. 2009;92(9):1901-20. doi: 10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x.

Da Silva DO, Sato TP, Silva, MB, de Souza LG, Uemura ES, da Silva JMF. Bond strength between resin cement to high-translucency zirconia following sandblasting and non-thermal plasma treatment. *Braz Dent Sci*. 2021;24(1):1-7. doi: 10.14295/bds.2021.v24i1.2266.

Dal Piva AMO, Tribst JPM, Benalcázar Jalkh EB, Anami LC, Bonfante EA, Bottino MA. Minimal tooth preparation for posterior monolithic ceramic crowns: Effect on the mechanical behavior, reliability and translucency. *Dent Mater*. 2021 Mar;37(3):e140-e150. doi: 10.1016/j.dental.2020.11.001.

Dal Piva AMO, Tribst JPM, Bottino MA. Evaluation of shear bond strength and shear stress on zirconia reinforced lithium silicate and high translucency zirconia. *J Oral Res*. 2018;7(1):30-6. doi:10.17126/joralres.2018.007.

De Angelis F, D'Arcangelo C, Buonvivere M, Rondoni GD, Vadini M. Shear bond strength of glass ionomer and resin-based cements to different types of zirconia. *J Esthet Restor Dent*. 2020 Dec;32(8):806-14. doi: 10.1111/jerd.12638. Epub 2020 Aug 18. PMID: 32810368.

Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*. 2014 Dec;93(12):1235-42. doi: 10.1177/0022034514553627. Epub 2014 Oct 1. Review. PubMed PMID: 25274751; PubMed Central PMCID: PMC4237640.

Franco-Tabares S, Stenport VF, Hjalmarsson L, Tam PL, Johansson CB. Chemical bonding to novel translucent zirconias: a mechanical and molecular investigation. *J Adhes Dent*. 2019;21(2):107-16. doi: 10.3290/j.jad.a42361. PMID: 30949624.

Ghodsi S, Jafarian Z. A Review on translucent zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2018 May 30;26(2):62-74. doi: 10.1922/EJPRD_01759Ghodsi13. PMID: 29797847.

Höland W, Schweiger M, Watzke R, Peschke A, Kappert H. Ceramics as biomaterials for dental restoration. *Expert Rev Med Devices*. 2008 Nov;5(6):729-45. doi: 10.1586/17434440.5.6.729. PMID: 19025349.

Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int*. 2017;43(14):10999-1005. doi:10.1016/j.ceramint.2017.05.141

Lopes GRS, Ramos NC, Grangeiro MTV, Matos JDM, Bottino MA, Özcan M, et al. Adhesion between zirconia and resin cement: A critical evaluation of testing methodologies. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021 Aug;120:104547. doi: 10.1016/j.jmbbm.2021.104547. Epub 2021 Apr 21. PMID: 33940486.

Lucas LC, Lemons JE. Biodegradation of restorative metallic systems. *Adv Dent Res*. 1992 Sep;6:32-7. doi: 10.1177/08959374920060011301. PMID: 1292459.

Magne P, Bruzi G, Carvalho AO, Enciso R, Giannini M. Optimization of heatdried silane application for CAD/CAM ceramic resin bonding. *Nanosci Nanotechnol*. 2018;2(1):1-8. doi: 10.18063/nm.v2i1.414

Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010 Apr;26(4):345-52. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.005. Epub 2010 Jan 4. PMID: 20047757.

McDonough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MY, Schumacher GE, et al. A microshear test to measure bond strengths of dentinpolymer interfaces. *Biomaterials*. 2002 Sep;23(17):3603-8. doi: 10.1016/s0142-9612(02)00089-3. PMID: 12109685

McLaren EA, Figueira J. Updating classifications of ceramic dental materials: a guide to material selection. *Compend Contin Educ Dent*. 2015 Jun;36(6):400-5; quiz 406, 416. PMID: 26053778

Melo RM, Souza RO, Dursun E, Monteiro EB, Valandro LF, Bottino MA. Surface treatments of zirconia to enhance bonding durability. *Oper Dent*. 2015 Nov- Dec;40(6):636-43. doi: 10.2341/14-144-L. Epub 2015 Jul 7. Review. PubMed PMID: 26151461

Otani A, Amaral M, May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater*. 2015;31(6):648–56. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.03.002>.

Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*. 2015 Feb;17(1):7-26. doi: 10.3290/j.jad.a33525. PMID: 25646166.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi: 10.1016/s0142-9612(98)00010-6. PMID: 9916767.

Rabel K, Lamott U, Polydorou O, Flugge T, Spies BC. Prosthodontic rehabilitation with fixed monolithic translucent zirconia restorations: a case history report. *Int J Prosthodont*. 2019 Nov/Dec;32(6):544-8. doi: 10.11607/ijp.6194. PMID: 31664273.

Ramos NC, Alves LMM, Ricco P, Santos GMAS, Bottino MA, Campos TMB, et al. Strength and bondability of a dental Y-TZP after silica sol-gel infiltrations. *Ceram Inter*. 2020;46:17018–24. doi: 10.1016/j.ceramint.2020.03.288.

Rinke S, Metzger A, Ziebolz H. Multilayer super-translucent zirconia for chairside fabrication of a monolithic posterior crown. *Case Rep Dent*. 2022 Mar 23;2022:4474227. doi: 10.1155/2022/4474227. PMID: 35371572; PMCID: PMC8967591.

Ruales-Carrera E, Cesar PF, Henriques B, Fredel MC, Ozcan M, Volpato CAM. Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *J Esthet Restor Dent*. 2019 Jul;31(4):388-97. doi: 10.1111/jerd.12490. Epub 2019 May 17. PMID: 31099974.

Schlueter N, Peutzfeldt A, Ganss C, Lussi A. Does tin pre-treatment enhance the bond strength of adhesive systems to enamel? *J Dent*. 2013 Jul;41(7):642-52. doi: 10.1016/j.jdent.2013.03.009. Epub 2013 Apr 9. PubMed PMID: 23578471.

Shimizu H, Inokoshi M, Takagaki T, Uo M, Minakuchi S. Bonding efficacy of 4- meta/mma-tbb resin to surface-treated highly translucent dental zirconia. *J Adhes Dent*. 2018;20(5):453-9. doi: 10.3290/j.jad.a41330. PubMed PMID: 30375581.

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent*. 2002 Jul-Aug;27(4):403-9. PMID: 12120779.

Souza R, Barbosa F, Araujo G, Miyashita E, Bottino MA, Melo R, et al. Ultrathin monolithic zirconia veneers: reality or future? report of a clinical case and one- year follow-up. *Oper Dent*. 2018 Jan/Feb;43(1):3-11. doi: 10.2341/16-350-T. PMID: 29284106; PMCID: PMC5808436.

Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain size, four- point flexural strength and two-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Jun;59:128-138. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.11.040. Epub 2015 Dec 23. PubMed PMID: 26751707.

Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lumkemann N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int*. 2017;48(5):369-380. doi: 10.3290/j.qi.a38057. Review. PubMed PMID: 28396886.

Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig*. 2013 Jan;17(1):269-74. doi: 10.1007/s00784-012-0692-6. Epub 2012 Feb 23. PubMed PMID: 22358379.

Symposium On Use of Ceramics as Surgical Implants. In: Helmer JD, Driskell TD. *Proceedings of the research on bioceramics*. Clemson: Clemson University; 1969.

Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):71-82. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.022. Epub 2010 Nov 20. Review. PubMed PMID: 21094526; PubMed Central PMCID: PMC3046396.

Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent*. 2016 Jan;115(1):9-19. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.09.008. Epub 2015 Nov 6. Review. PubMed PMID: 26548872.

Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009 Summer;4(2):130-51. PMID: 19655651.

Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res*. 1991 May;70(5):889-93. doi: 10.1177/00220345910700050501. PMID: 1827133.

Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. *J Prosthodont Res*. 2018 Apr;62(2):204-209. doi: 10.1016/j.jpor.2017.08.011. Epub 2017 Sep 19. PubMed PMID: 28935192.

Yamamoto LT, Rodrigues VA, Dornelles LS, Bottino MA, Valandro LF, Melo RM. Low-Fusing porcelain glaze application on 3y-tzp surfaces can enhance zirconia-porcelain adhesion. *Braz Dent J*. 2016 Sep-Oct;27(5):543-7. doi: 10.1590/0103-6440201601014. PMID: 27982231

Yang B, Adelung R, Ludwig K, Bössmann K, Pashley DH, Kern M. Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. *Biomaterials*. 2005 Aug;26(24):5021-31. doi: 10.1016/j.biomaterials.2005.01.024. PMID: 15769538.

Zhang Y, Lawn BR. Novel zirconia materials in dentistry. *J Dent Res*. 2018 Feb;97(2):140-7. doi: 10.1177/0022034517737483. Epub 2017 Oct 16. Review. PubMed PMID: 29035694