



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE
ZIRCÔNIAS CONVENCIONAL
E TRANSLÚCIDA APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS
DE SUPERFÍCIE**

EDWIN ANDRÉS RUALES CARRERA

Florianópolis
2017

EDWIN ANDRÉS RUALES CARRERA

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE
ZIRCÔNIAS CONVENCIONAL
E TRANSLÚCIDA APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS
DE SUPERFÍCIE**

Dissertação de Mestrado
apresentado ao Programa de
Pós-Graduação em Odontologia
do Centro de Ciências da Saúde
da Universidade Federal de
Santa Catarina, como requisito
para a obtenção do título de
Mestre em Odontologia, área de
Concentração: Implantodontia.

Orientadora: Prof. Dra. Cláudia
Ângela Maziero Volpato
Co-orientador: Prof. Dr. Bruno
Henriques

Florianópolis
2017

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca
Universitária da UFSC.

Ruales Carrera, Edwin Andrés

Resistência de união à microtração de zircônias
convencional e translúcida após diferentes
tratamentos de superfície / Edwin Andrés Ruales
Carrera ; orientadora, Cláudia Ângela Maziero
Volpato, coorientador, Bruno Henriques, 2017.
101 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de
Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde,
Programa de Pós-Graduação em Odontologia,
Florianópolis, 2017.

Inclui referências.

1. Odontologia. 2. Zircônia. 3. Zircônia
translúcida. 4. Microtração. 5. Cimento resinoso. I.
Maziero Volpato, Cláudia Ângela. II. Henriques,
Bruno. III. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

Edwin Andrés Ruales Carrera

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE
ZIRCÔNIAS CONVENCIONAL
E TRANSLÚCIDA APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS
DE SUPERFÍCIE**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Odontologia - Área de concentração Implantodontia, e aprovada na sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 21 de julho de 2017

Prof^ª. Dr^ª. Elena Riet Correa Rivero
Coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Odontologia
da Universidade Federal de Santa Catarina

Banca Examinadora:

Prof^ª. Dr^ª Cláudia Ângela Maziero Volpato (Videoconferência)
Presidenta
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Diego Klee de Vasconcellos
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof^ª. Dr^ª Silvana Batalha Silva
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar
Universidade de São Paulo

Dedico este trabalho a Deus por dar o sentido a minha vida.

Aos meus pais, Edwin e Miriam, por serem uma inspiração para mim, pelo seu amor incondicional e por ter acreditado sempre nos meus sonhos.

Aos meus irmãos Miriam Valeria e Juan Carlos, pelo apoio e as inúmeras alegrias juntos.

A minha tia-avó Rosi, pelo seu amor inigualável e por nos ensinar a sonhar.

AGRADECIMENTOS

A minha orientadora, Professora **Cláudia Ângela Maziero Volpato**, por ser um exemplo de professora, de profissional e mais ainda de pessoa. Obrigado por me ensinar com o exemplo o que é a odontologia de excelência e me motivar sempre para alcançar os meus objetivos. Obrigado também por ter despertado meu interesse na pesquisa e na produção científica. “Gracias por su paciencia y cariño”

Ao meu co-orientador, Professor **Bruno Henriques**, por disponibilizar a equipe do CERMAT e me indicar os caminhos mais apropriados para conduzir a pesquisa. Obrigado pela disposição para me ensinar os conceitos de engenharia que foram necessários para a culminação do trabalho.

Ao Professor **Paulo Francisco Cesar**, por ter me aberto as portas do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, o que foi fundamental para a consecução desse trabalho. Obrigado também pelos conselhos e bons momentos sempre.

Ao Professor **Antônio Carlos Cardoso**, por incentivar meu raciocínio crítico e me ensinar a questionar os conceitos. Obrigado pelos conselhos para que cada uma das minhas aulas seja melhor. Obrigado por abrir as portas da sua casa para falarmos de Deus.

Ao Professor **Ricardo de Souza Magini**, pelas palavras sábias e conselhos, pelo carinho e por me incentivar cada dia para ser melhor.

Ao Professor **Marco Aurélio Bianchini**, por ter me orientado na instalação do meu primeiro implante e ao mesmo tempo ter me ensinado sobre a disciplina e o trabalho em equipe.

Ao Professor **Cesar Augusto Magalhães Benfatti**, pelas inúmeras orientações na clínica e conselhos para a vida, também pela disposição para oferecer soluções e melhoras para o CEPID sempre.

Aos meus colegas do mestrado, pela ajuda, motivação e por fazer que todos os dias sejam ótimos. Agradeço especialmente a Patrícia Pauletto, Maria Elisa Galárraga, Renata Brum, Nathalia Jordão, Karin Apaza Bedoya, Madalena Dias Engler, Adriana Rodriguez Riva, Mariane Sordi, Gabriella Peñarrieta, Carol Morsh, Carol Rafael, Suzéli Diaz, Bruna Correa, Joaquin Lopez, Gabriel Leonardo Magrin, Miguel Noronha, Bernardo Passoni, Jair Rodriguez, Abraão Moratelli Prado, Rafael Cury Cecato, Nicolas Aguilera, Javeir Salazar, Juan Felipe Dumez.

A minha família e amigos no Equador, pelo carinho e apoio sempre. Por me ensinar que “distancia” é somente uma palavra.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi comparar o comportamento adesivo sob microtração das zircônias translúcida e convencional após diferentes tratamentos de superfície em combinação com o uso de um adesivo universal antes e após envelhecimento por termociclagem. Espécimes de zircônia convencional e translúcida foram divididos aleatoriamente em seis grupos dependendo do tipo de tratamento de superfície: sem tratamento de superfície (G1-G4), jateamento com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ (G2-G5) e tratamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ modificadas com sílica (G3-G6). Os espécimes foram tratados com um adesivo universal com conteúdo de MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE) e cimentados em blocos de resina usando um cimento resinoso (RelyX Ultimate, 3M ESPE). Barras com uma área de cimentação aproximada de $1mm^2$ foram obtidas após os blocos serem seccionados. Metade das barras foram submetidas à termociclagem durante 10.000 ciclos. A resistência adesiva foi avaliada por meio do teste de microtração e os tipos de falha foram avaliados. Foi também realizada a análise morfológica por meio de perfilometria óptica e análise de EDX. Os valores de resistência de união foram analisados pela análise de Weibull. Os valores de m e σ_0 foram analisados estatisticamente pelo teste de ANOVA Fatorial ($p < 0,05$). A análise de Weibull mostrou parâmetros resistência de união mais elevados para os grupos de zircônia convencional (G1, G2, G3). Os grupos de zircônia translúcida (G4, G5, G6) tiveram parâmetros de Weibull de resistência adesiva mais baixos. Os valores de resistência adesiva da zircônia translúcida foram menores do que os da zircônia convencional. O uso de adesivos universais após o tratamento mecânico da superfície da zircônia poderia resultar em uma adesão duradora para a zircônia convencional e translúcida.

Palabras-chave: Zircônia; Zircônia translúcida; Microtração; Cimento resinoso

ABSTRACT

The aim of this study was to compare the bonding behavior by microtensile bond strength test between high-translucent zirconia and conventional zirconia when applied different surface treatments in combination with a universal adhesive before and after hydrothermal ageing. Conventional zirconia and high-translucent zirconia specimens were equitably divided in six groups according to the surface treatment received: without surface treatment (G1-G4), air-borne particle abrasion with 50 μ m Al₂O₃ particles (G2-G5) and tribochemical treatment with 50 μ m silica modified Al₂O₃ particles (G3-G6). Specimens were treated using a universal adhesive containing MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE) and cemented to resins blocks using a resin cement (RelyX Ultimate, 3M ESPE). Microbar specimens with cross-sectioned areas of 1 mm² were achieved after sectioning. Half of the microbars were subjected to hydrothermal aging for 10,000 cycles. Bond strength was evaluated through microtensile bond strength test and failure mode analysis was performed. Morphological analysis of the specimens was also performed through optical profilometry and EDX analysis. Bond strength values were analyzed by the Weibull analysis. Values of m and σ_0 were statistically analyzed through Factorial ANOVA test ($p < 0.05$). Weibull analysis revealed the higher parameters of bond strength for conventional zirconia (G1, G2, G3). High-translucent zirconia groups (G4, G5, G6) showed lower Weibull parameters of bond strength. Bond strength values of high-translucent zirconia are lower than those of conventional zirconia. The use of universal adhesives after mechanical surface treatment of zirconia could result in a durable bonding to conventional and high-translucent zirconia.

Keywords: Y-TZP; High-translucent zirconia; Microtensile bond strength; Resin cement

LISTA DE FIGURAS

ARTIGO EM INGLÊS

Fig. 1 - Schematic diagram showing the followed methodology

Fig. 2 - EDX spectra recorded for G1 showing a mixed failure: presence of adhesive on the zirconia surface (1)(2), zirconia surface without adhesive (3).

Fig. 3 - Box chart representing means and SD of surface roughness values (R_a)

Fig. 4 - Weibull analysis representing the accumulative distribution (A) and probability density (B) of groups G1 and G4 before and after hydrothermal aging (t).

Fig. 5 - Weibull analysis representing the accumulative distribution (A) and probability density (B) of groups G2 and G5 before and after hydrothermal aging (t).

Fig. 6 - Weibull analysis representing the accumulative distribution (A) and probability density (B) of groups G3 and G6 before and after hydrothermal aging (t).

Fig. 7 - Adhesive remnant area before and after hydrothermal aging.

Fig. 8 - Representative SEM images of all groups without hydrothermal aging at magnifications of x120 and x500. Adhesive failure mode of groups G4 while mixed failure mode on all other groups can be seen.

Fig. 9 - Representative SEM images of all groups subjected to hydrothermal aging (t) at magnifications of x120 and x500. Adhesive failure mode of groups G1 and G4 while mixed failure mode of groups G2, G3, G4, G5 and G6 can be seen.

METODOLOGIA APLICADA

Figura 1: Bloco pré-sinterizado de zircônia com dimensões de 11 x 11 x 14 mm. Linhas foram desenhadas para guiar os cortes.

Figura 2: Bloco sinterizado com dimensão final de 10 x 10 x 1,5 mm.

Figura 3: Molde de silicone para a confecção de blocos de resina composta. Bloco de resina composta com dimensões de 10 x 10 x 6mm.

Figura 4: Conjunto conformado pelos blocos de resina composta e a zircônia no meio após fotopolimerização por 40 segundos.

Figura 5: Blocos incluídos em godiva sendo seccionados com a máquina de corte em baixa velocidade. É apreciável a presença de polivinilsiloxano em consistência leve entre o espaço criado pelos primeiros cortes para facilitar os seguintes transversais.

Figura 6: Barras com área de cimentação aproximada de 1mm^2 .

Figura 7: Espécimes sendo termociclados em banhos de 5 e 55°C, com 30 segundos de imersão.

Figura 8: Barra posicionada no dispositivo de Gerardeli sendo testada na máquina universal de ensaios.

Figura 9: Área transversal das barras sendo mensurada com paquímetro digital.

LISTA DE TABELAS

ARTIGO EM INGLÊS

Table 1: Manufacturers' information on products used.

Table 2: Group distribution according to the surface treatment applied.

Table 3: Results of the statistical analysis of surface roughness values (R_a) in micrometers (μm). The same letters in the same column indicates no significant differences according to Tukey's test ($p>0.05$)

Table 4: Weibull analysis for bond strength data and recorded failure mode

METODOLOGIA APLICADA

Tabela 1: Descrição dos materiais utilizados, especificações, fabricante e local.

Tabela 2: Divisão dos grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	21
1.1. Características da zircônia	22
1.2. Zircônia translúcida	23
1.3. Adesão à zircônia	24
1.4. Mecanismos de condicionamento superficial da zircônia ..	25
1.5. Sistemas adesivos	29
2. OBJETIVOS.....	31
2.1. Objetivo Geral.....	31
2.2. Objetivos específicos:	31
3. ARTIGO EM PORTUGUÊS.....	32
4. ARTIGO EM INGLÊS.....	58
5. REFERÊNCIAS.....	86
6. METODOLOGIA APLICADA.....	92
4.1 Lista de materiais e equipamentos	92
4.2 Confeção dos corpos de prova	93
4.3 Divisão dos grupos	95
4.4 Ensaio de microtração	99
4.5 Análise Morfológica	101

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, os materiais cerâmicos têm sido utilizados na Odontologia em associação com tecnologias CAD/CAM, com o intuito de solucionar desafios estéticos relacionados às próteses metalocerâmicas (Özcan & Volpato, 2015). Desta forma, materiais a base de zircônia (ZrO_2) têm despertado atenção, tanto por parte dos dentistas, como de pesquisadores, em função das propriedades mecânicas favoráveis que eles apresentam (Miyazaki et al., 2013; Ferrari, Vichi & Zarone, 2015). Associado a isso, oferecem durabilidade ao longo do tempo (Piascik et al., 2009) e versatilidade nas aplicações clínicas, que vão desde próteses fixas, pinos intracanaís, brackets ortodônticos, implantes dentários e pilares protéticos (Özcan & Volpato, 2015).

A zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) é a mais utilizada na Odontologia. O processo de estabilização se faz necessário, porque a zircônia exibe um fenômeno denominado alotropia, ou seja, ela pode ser encontrada em diferentes fases cristalinas - monoclinica, tetragonal e cúbica-, com a mesma composição química (Curtis; Wright; Fleming, 2006). A ítria é a responsável pela estabilização na fase tetragonal desse material, em temperatura ambiente. Essa fase apresenta menor dureza que a fase cúbica, o que permite que o material possa ser usinado e, por outro lado, apresenta maior estabilidade do que a fase monoclinica (Guan, Zhang & Liu, 2015).

A zircônia também apresenta biocompatibilidade; baixa condutividade térmica; baixo potencial de corrosão e boa radiopacidade. Graças a um mecanismo conhecido como tenacificação por transformação, uma alta resistência à fratura e a flexão também podem ser observadas (>1000 Mpa) (Hannink, 2000; Curtis; Wright; Fleming, 2006; Vagkopoulou et al., 2009; Guess; Att; Strub, 2012).

Além disso, a zircônia é considerada um material estético por ser branco ou possibilitar sua pigmentação em diferentes cores, apesar de tradicionalmente apresentar uma alta opacidade (Vagkopoulou et al., 2009). Recentemente, os fabricantes têm desenvolvido uma zircônia translúcida, com diferenças importantes na microestrutura, entre elas, partículas menores; maior densidade e a introdução da fase cúbica na sua composição, o que resulta em características visuais superiores, mais próximas dos dentes naturais (Zhang, 2014).

Para garantir o sucesso e a longevidade de restaurações cerâmicas, autores têm preconizado que elas sejam cimentadas ao substrato dental por meio de sistemas adesivos (Derand; Molin & Kvam, 2005). Porém,

a zircônia é uma cerâmica com baixo ou nenhum conteúdo de sílica na sua composição, o que faz com que ela apresente um comportamento ácido resistente (Kern & Wegner, 1998; Derand & Derand, 2000; Blatz; Sadan & Kern, 2003; Thompson et al., 2011).

Para contornar esse problema, diferentes tratamentos de superfície e protocolos de cimentação têm sido sugeridos para restaurações à base de zircônia. O tratamento triboquímico (Kern & Wegner, 1998; Burke et al., 2002; Atsu et al., 2006; Özcan; Nijhuis & Valandro, 2008); associado com agentes de união e cimentos resinosos à base de MDP (Kern & Wegner, 1998; Blatz; Sadan & Kern, 2003; Oyagüe et al., 2009) têm se mostrado o protocolo mais adequado para esse fim (Özcan & Bernasconi, 2015; Alnassar et al., 2016).

Porém, em função das mudanças na sua composição estrutural cristalina, ainda não existe um consenso acerca de um protocolo previsível para a cimentação de restaurações cerâmicas à base de zircônia translúcida. Uma vez que os protocolos para cimentação adesiva de zircônia convencional também são indicados para a cimentação de peças de zircônia translúcida, torna-se fundamental o estudo da influência das mudanças estruturais frente aos processos adesivos. A hipótese nula deste estudo é de que as modificações microestruturais da zircônia translúcida não influenciam a resistência de união após diferentes tratamentos de superfície em combinação com o uso de um adesivo universal com conteúdo de MDP, quando comparadas com a zircônia convencional.

1.1. Características da zircônia

O dióxido de zircônio ou zircônia exibe um fenômeno característico conhecido como alotropia, o que significa que ela pode se apresentar em diferentes fases cristalinas com a mesma composição química: monoclínica, tetragonal e cúbica (Curtis; Wright; Fleming, 2006). Na Odontologia, o uso da zircônia tetragonal é preconizado pelo fato de nessa fase ela se apresentar menos rígida do que a fase cúbica e mais estável do que a fase monoclínica (Guan, Zhang & Liu, 2015). Porém, para manter a estabilidade da zircônia na fase tetragonal em baixas temperaturas é importante que um estabilizador seja empregado. Óxidos de ítrio, magnésio, cério e cálcio são utilizados como estabilizadores desde as décadas de 30 e 40 e, quando utilizados, permitem alcançar um estado metaestável da zircônia. Para o uso em biomedicina, o óxido de ítrio é o único óxido que conta com uma norma padrão ISO (13356.2008) (*International Standards Organization*, 2008). A zircônia policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) é composta por

cristais de ZrO_2 e contém 2.5 a 3.5% de óxido de ítrio (Y_2O_3) (Vagkopoulou et al., 2009).

Devido ao seu estado metastável, a Y-TZP permite que um processo denominado “tenacificação por transformação” ocorra. Este fenômeno corresponde a uma transformação de fases induzida por forças externas. Quando uma força aplicada é capaz de produzir uma trinca na superfície do material, as partículas tetragonais metastáveis se transformam em monoclinicas, e este fenômeno resulta em uma expansão volumétrica com aproximadamente 5%, o que permite ao material conter o crescimento da trinca e evitar sua propagação (Lughi; Sergo, 2010). Esta característica peculiar é que permite aos materiais à base de zircônia um excelente desempenho mecânico (Passos et al., 2014). A zircônia policristalina estabilizada por ítria apresenta uma alta resistência à fratura (>1000 MPa) e boa dureza (5-7 MPa m 0.5), sendo os mais altos valores reportados para materiais cerâmicos de uso odontológico (De Castro et al., 2012).

Da mesma forma, suas propriedades estéticas, biocompatibilidade, estabilidade química e baixa condução térmica são fatores determinantes para a escolha desta cerâmica (Sciasci et al., 2015). A Y-TZP é um material quimicamente inerte e que não apresenta efeitos adversos, sistêmicos ou locais. Ao tratar-se de efeitos citotóxicos, oncogênicos ou mutagênicos, nada tem sido observado em fibroblastos ou células sanguíneas (Vagkopoulou et al., 2009). Testes *in vitro* têm demonstrado que a zircônia apresenta resultados de citotoxicidade similares à alumina (Piconi; Maccauro, 1999) e o seu comportamento *in vivo*, comparado com o da alumina não tem demonstrado diferenças a respeito de possíveis reações teciduais (Garvie; Nicholson, 1972).

A zircônia é considerada um material estético por ser branca, apesar de a zircônia convencional ser altamente opaca (Vagkopoulou et al., 2009). Com o intuito de melhorar suas propriedades estéticas, fabricantes oferecem infraestruturas de zircônia em diferentes colorações, tentando simular a cor da dentina (Reich; Hornberger, 2002). Mas recentemente, zircônias translúcidas estão disponibilizadas no mercado para a confecção de coroas monolíticas (Salem et al., 2016).

1.2. Zircônia translúcida

Restaurações bilaminares com infraestruturas em Y-TZP necessitam de uma cobertura de porcelana para alcançar uma adequada aparência estética. Isso se deve ao fato de que a zircônia convencional, utilizada para infraestruturas, geralmente é branca e opaca. Restaurações

bilaminares apresentam várias limitações, incluindo um processo mais prolongado de confecção, custos laboratoriais, como também a possibilidade de fratura e lascamento do material de recobrimento (Zhang et al., 2013). Para minimizar estas limitações, restaurações monolíticas têm sido propostas, porém, com um resultado estético ainda limitado em função do uso de zircônias tradicionais (Tong et al., 2016).

Uma proposta mais recente é a zircônia translúcida, a qual permite a confecção de restaurações monolíticas caracterizadas em sua superfície por meio de pigmentos, objetivando alcançar qualidades ópticas semelhantes às cerâmicas vítreas (Zhang, 2014). Para obter essas propriedades e diminuir a dispersão da luz, importantes modificações precisam ser realizadas na sua microestrutura, o que inclui partículas menores; maior densidade e introdução de fase cúbica na sua composição, tornando-a uma cerâmica híbrida tetragonal-cúbica. Essas mudanças podem modificar a resistência do material. (Zhang, 2014; Zhang et al., 2015; Tong et al., 2016).

1.3. Adesão à zircônia

A cimentação adesiva é indicada para obter uma retenção melhorada (Blatz, Sadan & Kern, 2003; Soares et al., 2005); adaptação marginal da restauração protética (Derand, Molin & Kvam, 2005); diminuição de microfiltração (Burke et al., 2002) e a possibilidade de trabalhar com preparos dentais mais conservadores (Smith et al., 2005). Desta forma, o procedimento de cimentação adesiva é determinante para a longevidade e o sucesso das restaurações cerâmicas (Derand, Molin & Kvam, 2005). Cuidado deve ser tomado com as técnicas de preparo da superfície previamente à cimentação; respeito às propriedades do cimento selecionado e procedimentos clínicos adequados durante as etapas de cimentação adesiva (Blatz, Sadan & Kern, 2003; Senyilmaz et al., 2007; Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008).

Cimentos à base de ionômero de vidro (Blatz et al., 2007), resinosos convencionais e auto condicionantes (Attia, 2011) são materiais indicados para a cimentação de restaurações cerâmicas à base de zircônia. Porém, a zircônia é uma cerâmica ácido resistente, porque apresenta pouca ou nenhuma sílica em sua composição. Em função disso, o desempenho adesivo de restaurações à base de zircônia cimentadas adesivamente fica comprometido (Kern & Wegner, 1998; Derand & Derand, 2000; Blatz, Sadan & Kern, 2003; Thompson et al., 2011). Conseqüentemente, a rugosidade superficial da zircônia não é modificada pelo uso do ácido fluorídrico (Borges et al. 2003; Della Bona et al. 2007).

Nas cerâmicas a base de sílica, o uso do ácido fluorídrico permite a remoção da matriz vítrea, aumentando a rugosidade e a energia da superfície a fim de obter uma união adesiva micromecânica com os cimentos resinosos. Também, nas cerâmicas à base de sílica, o uso de um agente silano permite a união do dióxido de silício (SiO_2) presente na superfície da cerâmica com a matriz orgânica do cimento resinoso (Mattiello et al., 2013). Sem a presença de SiO_2 na superfície da zircônia, o agente silano perde sua ação no procedimento adesivo (Tsuo, Atsuta & Yoshida, 2006). Além disso, a zircônia é um material inerte, com baixa energia superficial e molhabilidade (Özcan & Vallitu, 2003). É virtualmente um material plano, sem rugosidade e sem um padrão detectável de micro retenções por ser constituído por cristais muito pequenos (Janda et al., 2003) que apresentam um espaço mínimo entre as partículas. Essas características são responsáveis pela resistência da zircônia e a uniformidade da superfície (Duran & Moure, 1985).

Considerando o acima exposto, protocolos para superar as limitações da zircônia tradicional e assim atingir uma adequada cimentação adesiva têm sido descritos (Sciasci et al., 2015). Os protocolos incluem tratamentos para modificar a superfície do material com a finalidade de interagir favoravelmente com sistemas adesivos indicados para este fim (Özcan & Volpato, 2015). Porém, não existe consenso acerca de um protocolo previsível para zircônias translúcidas, as quais apresentam mudanças estruturais importantes (Zhang, 2014; Zhang et al., 2015; Tong et al., 2016). Um estudo feito em 2016, por Salem et al., avaliou a resistência adesiva de uma zircônia translúcida, concluindo que as técnicas de condicionamento infiltrativo seletivo (*selective infiltration etching*) e a pulverização por fusão (*fusion-sputtering*) resultaram em uma adesão forte e douradora. Por outra parte, Blatz et al. (2016) descreveram um conceito baseado nas evidências observadas na cimentação de zircônias convencionais, sugerindo que elas fossem empregadas para a cimentação de zircônias translúcidas.

1.4. Mecanismos de condicionamento superficial da zircônia

Tratamentos de superfície melhoram a interação entre os cimentos adesivos e a superfície da zircônia (Burke et al., 2002; Derand, Molin & Kvam, 2005; Derand et al., 2008; Subaşı, İnan, 2014; Sciasci et al., 2015). O método mais simples, prático e amplamente utilizado é o jateamento da superfície com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3).

Quando partículas de diferentes tamanhos (entre 25 e 125 μm) são empregadas, os valores de resistência de união encontrados foram relatados como estatisticamente similares; independentemente do tamanho da partícula empregada (Phark et al., 2009; Kulunk et al., 2011; Sciasci et al., 2015). Da mesma forma, há a possibilidade da criação de cavidades ou espaços entre a superfície da zircônia e o cimento resinoso quando partículas maiores são usadas (Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008). Por essa razão, partículas de 50 μm são as mais aceitas (Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008; Blatz et al., 2010).

O jateamento é feito com um dispositivo com pressão entre 2.3 e 3 bar, durante 12 a 15 segundos, mantendo uma distância de 10 mm em relação à superfície da zircônia (Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008; Blatz et al., 2010; Kulunk et al., 2011). Este tratamento mecânico é feito com a intenção de remover possíveis contaminações resultantes do manuseio, limpar a área desejada e produzir rugosidades na superfície da zircônia que aumentem a área e a energia superficial, promovendo assim, retenção micromecânica para os cimentos resinosos (Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008). O jateamento sem o uso de agentes de união pode resultar em uma elevada resistência adesiva na superfície da zircônia, seguida de uma perda drástica na adesão em condições de envelhecimento (Kern, Barloi & Yang, 2009).

Outro procedimento muito empregado é o tratamento triboquímico, com deposição de sílica na superfície, geralmente realizado no laboratório com partículas de Al_2O_3 (30 – 110 μm). Esse tratamento consiste na deposição de uma camada de sílica na superfície da zircônia por meio da compactação de partículas de alumínio modificadas por sílica, em alta pressão (Burke et al., 2002). Este tratamento não só cria rugosidade na superfície, como também ativa quimicamente a superfície a fim de reagir com os agentes de união -silanos (Atsu et al., 2006; Kern, Wegner, 1998; Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008). A formação de grupos silanol (Si-OH), e a reação deles com a sílica para a formação de uma rede de siloxanos (-Si-O-Si-O-) (Özcan, Nijhuis & Valandro, 2008), é capaz de obter ligações covalentes na interface cimento resinoso/cerâmica (Matinlinna et al., 2006; Valandro et al., 2007; Xible et al., 2006). Portanto, o tratamento triboquímico da superfície, juntamente com o uso de sistemas adesivos apropriados, parece ser mandatório (Kern, Barloi & Yang, 2009). Por outro lado, uma superfície pouco coberta por sílica, submetida a efeitos hidrotérmicos poderia interferir em uma adesão duradoura (Matinlinna et al., 2006).

Um protocolo adequado para deposição de sílica na superfície da zircônia foi descrito por Özcan em 2013:

1. Avaliação do assentamento da restauração por meio de materiais à base de silicone;
2. Delimitação da área a ser jateada com um lápis;
3. Proteção da superfície externa da restauração com uma camada de gel de glicerina;
4. Jateamento da superfície interna da restauração com partículas de alumínio ou partículas de alumínio recobertas de sílica, utilizando um jateador de consultório. O tamanho das partículas deve estar entre 30 e 50µm, com uma pressão entre 0.5 e 2.5 bares, durante 20 segundos, mantendo uma distância de 10 mm em movimentos circulares;
5. Limpeza da restauração em cuba ultrassônica com etanol por 10 minutos.

Depois de completar estes passos, a superfície interna da restauração poderá interagir com os agentes de união silanos e, conseqüentemente, com cimentos à base de resina.

Evidências indicam um desempenho superior do tratamento triboquímico em relação aos demais tratamentos, na adesão de cimentos adesivos à zircônia. Em 2006, Atsu et al. encontraram uma resistência de união adesiva maior entre uma cerâmica de óxido de zircônio e o cimento resinoso Panavia F2.0 (Kuraray America, Inc., NY, EUA), após tratamento triboquímico da superfície, comparado com superfícies que foram somente jateadas. Özcan & Vallitu (2003) também encontraram uma resistência de união superior após tratamento com deposição de sílica, comparado com jateamento com partículas de alumínio. Outros autores também relataram resultados similares após esses tratamentos (Erdem et al., 2014; El-Korashy & El-Refai, 2014).

Apesar de que os tratamentos de superfície mais utilizados serem o tratamento triboquímico com deposição de sílica e o jateamento com partículas de óxido de alumínio, outros tratamentos também têm sido estudados (Matiello et al., 2013). O propósito destes tratamentos é induzir modificações na superfície da zircônia com o intuito de aumentar a área adesiva, sua energia superficial e a molhabilidade (Kim et al., 2011). O spray de plasma com hexametildisiloxano é uma alternativa proposta para elevar a resistência adesiva dos cimentos resinosos com a zircônia. É um processo rápido, conduzido em baixas temperaturas, por meio de um reator que gera um gás ionizante que é depositado na superfície da zircônia. O mecanismo adesivo e a modificação da superfície ainda não são claros, mas poderiam ser explicados por uniões covalentes (Derand, Molin & Kvam, 2005).

A aplicação de micro pérolas de porcelana de baixa fusão ou a deposição por vapor de tetracloro de silício (SiCl_4) também são processos que visam a obtenção de uma superfície de zircônia silicizada. Esses tratamentos têm demonstrado uma resistência adesiva melhorada, porém, a deposição vítrea poderia interferir com a adaptação interna das restaurações (Derand, Molin & Kvam, 2005; Derand et al., 2008; Cura et al., 2012; De Castro et al., 2012).

Outros tratamentos mecânicos contemplam o uso de laser à base de óxido de alumínio e ítrio (Er:YAG) para modificar a superfície da zircônia por meio de micro explosões e vaporização, um processo denominado ablação (Cavalcanti et al., 2009). Er:YAG parece ter um impacto mínimo na superfície da zircônia em comparação com os métodos de jateamento; e isso pode ser atribuído a uma menor absorção de energia ao laser, devido ao fato de que a zircônia é um material isento de água (Subaşı, İnan, 2014). Este procedimento pode danificar a superfície da zircônia devido à importantes modificações de temperatura que poderiam ser responsáveis pela transformação de fase (Guazzato et al., 2005). Por outro lado, o uso do laser de CO_2 apresentou melhor adesão às superfícies tratadas devido à criação de microfissuras, o que permite a penetração da resina; no entanto, as porções mais profundas da zircônia podem ser enfraquecidas (Kasraei et al., 2014). Os resultados encontrados acerca da melhora da resistência de união com o uso de laser ainda são contraditórios (Matiello et al., 2013; Subaşı, İnan, 2014).

O condicionamento infiltrativo seletivo ou SIE (*Selective Infiltration Etching*) transforma uma superfície relativamente uniforme de zircônia em uma rede tridimensional de porosidade, tornando a superfície altamente retentiva, o que permite que materiais à base de resina possam se interligar após a polimerização (Aboushelib et al., 2007). Esse processo é obtido por princípios da maturação induzida por calor e difusão dos limites dos grãos, que consiste na infiltração de uma cerâmica de vidro em baixa temperatura, que é aplicada seletivamente à superfície e, logo após, condicionada com uma solução de ácido fluorídrico a 5% (Aboushelib et al., 2007; Aboushelib, 2011). Apesar do aumento da resistência de união inicial, um vínculo estável, a longo prazo, ainda é questionável e necessita de mais estudos (Matiello et al., 2013; Cheung & Botelho, 2015).

Outras duas alternativas para melhorar a adesão à zircônia foram recentemente relatadas por Liu et al., (2015). A primeira consiste em condicionar a zircônia com uma solução misturada de ácido nítrico (69%) e ácido fluorídrico (48%) em proporção 1:1 a 100°C, durante 25 minutos, e a segunda é o condicionamento da superfície com uma solução de ácido fluorídrico (HF - 48%) a 100°C, durante 25 minutos.

Após o emprego desses dois métodos, os espécimes foram sinterizados de acordo com as indicações do fabricante e a resistência ao cisalhamento foi avaliada. O condicionamento da zircônia com uma solução de ácidos ou com o ácido fluorídrico a 100°C mostrou melhores resultados que o grupo controle no qual não foi realizado nenhum tratamento de superfície, no entanto, maiores valores de resistência de união corresponderam ao grupo com tratamento triboquímico da superfície.

1.5. Sistemas adesivos

A fim de melhorar a adesão aos substratos de zircônia, diferentes cimentos contendo uma variedade de monômeros são sugeridos na literatura (Kern & Wegner, 1998; Blatz et al., 2010; Passos et al., 2010). Monômeros funcionais também têm sido usados para melhorar a adesão às superfícies de zircônia, por apresentarem afinidade com os óxidos metálicos (Mattiello et al., 2013).

Tem sido relatado que monômeros de fosfato de éster, como o MDP (10 meta-crilóiloxidecil diidrogenofosfato), contidos em cimentos a base de resina, podem se aderir diretamente aos óxidos metálicos (Kern & Wegner, 1998). Além disso, dependendo da presença de óxidos de zircônio sobre a superfície cerâmica, podem ocorrer reações químicas envolvendo os grupos hidróxidos e os monômeros de fosfato éster do MDP (Oyagüe et al., 2009; Özcan & Volpato, 2015). O uso desses monômeros é responsável por uma união adesiva resistente à água, significativamente maior quando comparada com a resistência adesiva dos cimentos resinosos convencionais à base de BisGMA. Essa união química parece estável após a degradação dos compósitos no armazenamento em água (Kern & Wegner, 1998). Evidências indicam que os cimentos de resina com MDP são fundamentais para obter-se uma apropriada adesão à superfície de zircônia (Kern & Wegner, 1998; Blatz, Sadan & Kern, 2003; Oyagüe et al., 2009).

Outra opção recente são os cimentos resinosos auto-condicionantes, que apresentam vantagens como: sequência clínica simplificada; baixa incidência de sensibilidade pós-operatória; entre outras (Blatz et al., 2010). Os fabricantes indicam o uso de cimentos de resina auto-condicionantes como ativadores químicos da superfície da zircônia, eliminando qualquer outro tratamento mecânico ou químico que seria obrigatório com o uso de cimentos resinosos convencionais (Özcan & Volpato, 2015). Estes cimentos têm demonstrado boas qualidades adesivas a diferentes substratos, incluindo principalmente a zircônia

(Passos et al., 2010; Sciasci et al., 2015; Ehlers et al., 2015). A presença de diferentes componentes químicos na sua composição permite o estabelecimento de uniões químicas com os óxidos metálicos da superfície da zircônia (Blatz et al., 2010). No entanto, limitações no uso dos cimentos de resina auto-condicionantes, relacionados ao baixo grau de conversão; pouca difusão no interior da dentina; e uma menor estabilidade hidrolítica, devem ser consideradas (Monticelly et al., 2008; Vrochari et al., 2009).

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Avaliar a resistência de união de uma zircônia translúcida cimentada adesivamente após o jateamento com partículas de óxido de alumínio ou tratamento triboquímico, em combinação com o uso de um adesivo universal em comparação com uma zircônia convencional.

2.2. Objetivos específicos:

- Avaliar o efeito dos diferentes tratamentos de superfície na resistência adesiva de zircônias convencional e translúcida em comparação com amostras não tratadas.
- Identificar os tipos de falhas ocorridos após os testes de resistência de união por microtração.
- Comparar a metodologia proposta para o teste de microtração com resultados reportados na literatura referentes ao método convencional.

3. ARTIGO EM PORTUGUÊS

Artigo formatado para: Dental Materials

Resistência de união à microtração de zircônias convencional e translúcida após diferentes tratamentos de superfície

Edwin Ruales^a Bruno Henriques^b Claudia Angela Maziero Volpato^c

^aCentro de Ensino e Pesquisa em Implantes Dentários (CEPID), Programa de Pós-graduação em Odontologia (PPGO), Departamento de Odontologia (ODT), Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, Brasil

^bNúcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Compósitos (CERMAT), Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, Brasil and Centro de Sistemas Microeletromecânicos (MEMS), UMinho, Guimarães, Portugal

^cDepartamento de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Brasil

Autor correspondente

Edwin Ruales

edwinruales@gmail.com

Universidade Federal de Santa Catarina

Centro de Ensino e Pesquisa em Implantes Dentários (CEPID),

Campus Trindade, Florianópolis, 88040-900, Brasil

RESUMO

Objetivos: Comparar o comportamento adesivo sob microtração das zircônias translúcida e convencional após diferentes tratamentos de superfície em combinação com o uso de um adesivo universal antes e após envelhecimento por termociclagem.

Materiais e métodos: Espécimes de zircônia convencional e translúcida foram divididos aleatoriamente em seis grupos dependendo do tipo de tratamento de superfície: sem tratamento de superfície (G1-G4), jateamento com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ (G2-G5) e tratamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ modificadas com sílica (G3-G6). Os espécimes foram tratados com um adesivo universal com conteúdo de MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE) e cimentados em blocos de resina usando um cimento resinoso (RelyX Ultimate, 3M ESPE). Barras com uma área de cimentação aproximada de $1mm^2$ foram obtidas após os blocos serem seccionados. Metade das barras foram submetidas à termociclagem durante 10.000 ciclos. A resistência adesiva foi avaliada por meio do teste de microtração e os tipos de falha foram avaliados. Foi também realizada a análise morfológica por meio de perfilometria óptica e análise de EDX. Os valores de resistência de união foram analisados pela análise de Weibull. Os valores de m e σ_0 foram analisados estatisticamente pelo teste de ANOVA Fatorial ($p < 0,05$).

Resultados. A análise de Weibull mostrou parâmetros de resistência de união mais elevados para os grupos de zircônia convencional (G1, G2, G3). Os grupos de zircônia translúcida (G4, G5, G6) tiveram parâmetros de Weibull de resistência adesiva mais baixos.

Significância. Os valores de resistência adesiva da zircônia translúcida foram menores do que os da zircônia convencional. O uso de adesivos universais após o tratamento mecânico da superfície da zircônia poderiam resultar em uma adesão duradora para a zircônia convencional e translúcida.

Palabras-chave: Y-TZP; Zircônia translúcida; Microtração; Cimento resinoso

1. Introdução

A zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) tem se diferenciado dos outros materiais cerâmicos devido às suas propriedades mecânicas superiores [1,2] e também pelo comportamento óptico interessante [3]. Além disso, sendo a zircônia um material resistente ao ácido, ela reage de maneira diferente das cerâmicas vítreas, e, portanto, a longevidade das restaurações a base de zircônia ainda depende de uma adesão apropriada [4,5].

Para a obtenção de uma união adesiva adequada na interface resina/cerâmica, são indicadas retenções micromecânicas e adesão química [6-10]. Consequentemente, a combinação da rugosidade superficial por meio do jateamento com partículas e monômeros de fosfato de éster incluídos nos agentes de união silanos, como o 10 metacrilóiloxidecil diidro-genofosfato (MDP), foi relatada como um método adequado para obter-se uma união adesiva durável [11,12]. Atualmente, o revestimento de sílica por meio do tratamento triboquímico e/ou o uso de um agente silano juntamente com monômeros de ácido fosfórico hidrofóbico é um dos protocolos de adesão mais confiáveis para a zircônia [13-15].

Simplificando este procedimento, os adesivos universais de passo único que apresentam silano e monômeros de ácido fosfórico na sua composição [16] são indicados para cimentar adesivamente quase todos os tipos de materiais empregados em restaurações indiretas, incluindo zircônia e também tecidos dentários como esmalte e dentina. O MDP contido nestes adesivos permite a união química à zircônia através da formação de sais de carboxilato e fosfato na sua superfície [17]. Alguns estudos relataram maior força de união à zircônia com o uso de adesivos universais do que a aplicação de primers de zircônia isoladamente, portanto pode ser considerado como uma alternativa adequada para a adesão à zircônia [16,18].

No entanto, a zircônia translúcida para a fabricação de restaurações estéticas monolíticas foi recentemente introduzida com grandes modificações na sua microestrutura, incluindo partículas menores, maior densidade e presença de zircônia cúbica em sua composição, fazendo dela uma zircônia híbrida tetragonal-cúbica [19,20]. Por isso, devido às modificações estruturais deste material, ainda não há um consenso acerca de um protocolo previsível para a adesão em zircônia translúcida e a possível reação com os protocolos estabelecidos para a adesão em zircônia convencional [21,22].

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície em combinação com o uso de um adesivo universal contendo MDP, sobre a resistência adesiva para a zircônia

translúcida em comparação com a zircônia convencional antes e depois do envelhecimento por termociclagem. A hipótese nula foi que as modificações estruturais na zircônia translúcida não influenciam a resistência adesiva após diferentes tratamentos superficiais combinados com o uso de um adesivo universal contendo MDP em comparação com a zircônia convencional.

2. Materiais e métodos

2.1. Preparação dos espécimes

O desenho do estudo é apresentado esquematicamente na Fig. 1. Blocos de zircônia convencional e translúcida (Upcera; Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd., Liaoning, China) foram sinterizados a uma temperatura de 1480°C durante 12 horas em um forno (1700 Sinter; EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brasil) gerando espécimes com dimensões finais de 10.0mm x 10.0mm x 1.50mm após a contração. Foi realizada a limpeza dos espécimes de zircônia em ultrassom (Cristófoli, Paraná, Brasil) com etanol durante 20 minutos para garantir a ausência de detritos e depois foram imediatamente secos com ar, antes do tratamento de superfície. A Tabela 1 apresenta a composição geral e o número de lote dos materiais utilizados neste estudo.

2.2. Tratamentos de superfície

De acordo com os tratamentos de superfície, os blocos de zircônia convencional e translúcida foram divididos aleatoriamente e equitativamente em seis grupos (Tabela 2). Os tratamentos de superfície foram igualmente realizados em ambos lados dos blocos de zircônia e, em seguida, limpos com ultrassom em solução de etanol por 20 minutos e secos com ar como passo prévio à cimentação adesiva aos blocos de resina.

2.3. Procedimento adesivo

Para simular a cimentação adesiva, blocos de resina (Opallis; FGM, Joinville, Brasil) foram fabricados com dimensões de 10.0mm x 10.0mm x 6.0mm. Os blocos foram polidos com papéis de carboneto de silício de 400 grãos e depois limpos em ultrassom com água destilada por 20 minutos. A cimentação foi realizada utilizando um adesivo universal

com conteúdo de MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha) e um cimento resinoso (RelyX Ultimate, 3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha) de acordo com as instruções do fabricante. O cimento adesivo foi colocado em ambos lados dos blocos de zircônia para depois serem unidos aos blocos de resina sob uma carga fixa de 20N. O excesso de cimento de resina foi eliminado com um pincel e, em seguida, cada lado foi fotopolimerizado por 40 s (Optilight Max; Gnatus Equipamentos Médico-Odontológicos, São Paulo, Brasil). Os conjuntos foram mantidos durante 5 minutos para completar a auto polimerização.

Microbarras com áreas de seção transversal de 1 mm^2 foram obtidas por meio de duas seções perpendiculares usando um dispositivo de corte de precisão (Isomet; Buehler, An ITW Company, IL, EUA) e um disco revestido de diamante (IsoMet Blade, 15HC, 127mm; Buehler, An ITW Company, IL, EUA) sob refrigeração com água. Metade das microbarras foram armazenadas em água destilada à temperatura ambiente durante 24 horas. A outra metade foi submetida ao envelhecimento por termociclagem até completar 10.000 ciclos (521-4D, Ethik Technology, São Paulo, Brasil), em banhos de água de 5°C e 55°C , com um tempo de permanência de 30 segundos.

2.4. Teste de Microtração

As microbarras foram aderidas na unidade de fixação usando cola de cianoacrilato (Almasuper; Almata Ind. e Com. Ltda., Curitiba, Brasil), com o cuidado de localizar igualmente as interfaces resina-zircônia no espaço livre da unidade de fixação. O teste de microtração foi realizado em uma máquina de teste universal (Instron 4444; Illinois Tool Works Inc., MA, EUA) a uma velocidade de 1.0 mm/minuto. Os valores de resistência adesiva (em MPa) foram mensurados calculando a força aplicada no momento da falha (Newton), dividida pela área da seção transversal (em mm^2). Todas as microbarras fraturadas foram revestidas com ouro e examinadas por meio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (HITACHI Tabletop Microscope TM3030; Hitachi, Ltd., Tokyo, Japão) para avaliar se as falhas eram adesivas (falha total ou parcial no adesivo ou descolamento do adesivo da superfície), coesivas (falha parcial ou total na superfície da zircônia ou na resina), ou mistas (combinação de falha adesiva e coesiva). Também foi realizada uma avaliação quantitativa da área remanescente do adesivo usando o software de análise de imagens de fonte aberta ImageJ (Version 1.51m9; National Institutes of Health, MD, EUA).

2.5. Análise Morfológica

A rugosidade da superfície dos blocos de zircônia foi obtida antes dos procedimentos de adesão para todos os grupos. O parâmetro de rugosidade da superfície (Ra) consiste no valor médio aritmético entre os valores de altura dos picos e dos vales no perfil de rugosidade efetiva das superfícies de zircônia. Os blocos (n=6) foram analisados nas seguintes condições: sem tratamento, jateamento com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ e tratamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ recobertas com sílica. A avaliação da rugosidade da superfície foi conduzida usando um perfilômetro óptico (DektakXT, Bruker Corporation, Massachusetts, EUA) em seis áreas diferentes de cada bloco. O comprimento da medição foi de 2 mm e um corte de 0,25 mm durante 3 segundos.

Para caracterizar a superfície das barras quebradas, foi realizada uma análise química por meio de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) (Swift 2000, Hitachi, Japão) como ilustrado na Fig. 2.

2.6. Análise de Dados

Para analisar a rugosidade da superfície, os valores (Ra) de cada bloco foram submetidos ao teste ANOVA One-Way, as diferenças entre os grupos foram analisadas utilizando o teste de Tukey ($p < 0.05$). Os resultados da força de resistência adesiva foram analisados estatisticamente usando a análise de Weibull para determinar o módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_0), para representar a distribuição acumulativa e a densidade de probabilidade de cada grupo. A seguinte equação foi utilizada:

$$pf = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

Onde $pf(\sigma)$ é a probabilidade de falha, σ é a resistência à fratura, σ_0 é a resistência característica quando a probabilidade de fratura é de 63,2% e m é o módulo Weibull. Os espécimes foram divididos aleatoriamente para obter dois valores de m e σ_0 para cada grupo, os quais foram analisados estatisticamente através do teste de ANOVA Fatorial.

3. Resultados

A Tabela 3 lista os valores médios e desvio padrão da rugosidade da superfície (Ra) para os seis grupos e os resultados dos testes ANOVA One-Way e Tukey. De acordo com o teste ANOVA One-Way, houve

diferenças estatísticas significativas entre os grupos no nível de 0,05 ($p=0,000$). Os valores médios dos grupos G2 e G5 foram os maiores sem diferenças estatísticas significativas entre eles e estatisticamente diferentes dos grupos G1, G3, G4 e G6. Não houve diferenças significativas entre os grupos G1, G3, G4 e G6 (Fig. 3).

Os dados da análise Weibull são apresentados graficamente na Fig. 4-6. A Tabela 4 resume a análise de Weibull para todos os grupos. Os parâmetros de Weibull da resistência de união mais elevados foram para os grupos de zircônia convencional (G1, G2, G3). Os grupos de zircônia translúcida (G4, G5, G6) apresentaram parâmetros de resistência adesiva mais baixos. Mínimas diferenças nos valores de resistência adesiva após o envelhecimento por termociclagem em todos os grupos sugerem uma diminuição da resistência de união, no entanto, indicam uma adesão durável ao longo do tempo. Os parâmetros Weibull mais baixos foram para os grupos G1 e G4, onde nenhum tratamento superficial foi realizado, demonstrando também uma diminuição da resistência adesiva após o envelhecimento por termociclagem. De acordo com esses achados, o modo predominante de falha para os grupos G1 e G4 foi predominantemente adesivo, enquanto que para os outros grupos, ele foi predominantemente misto (Fig. 7).

A análise dos valores de m por meio do teste de ANOVA Fatorial revelaram que não houve diferenças estatísticas entre os grupos em relação ao tipo de material ($p=0,819$) e ao envelhecimento por termociclagem ($p=0,160$); porém, foram reveladas diferenças em relação ao tratamento de superfície ($p=0,000$). Por outro lado, a análise dos valores de σ_0 revelou diferenças estatísticas entre os grupos em relação ao tipo de material ($p=0,000$) e ao tipo de tratamento de superfície ($p=0,000$), porém, sem diferenças estatísticas quanto ao envelhecimento por termociclagem ($p=0,104$).

4. Discussão

Baseado nos resultados obtidos, a hipótese nula testada foi rejeitada. Os grupos de zircônia translúcida resultaram em valores mais baixos de resistência adesiva à microtração em comparação com os grupos de zircônia convencional. Além disso, esse comportamento foi novamente constatado após o envelhecimento por termociclagem.

A zircônia translúcida emergiu como uma alternativa interessante para restaurações monolíticas devido suas propriedades mecânicas e ópticas, superando as limitações da zircônia convencional [20,22]. No entanto, em comparação com a zircônia convencional, foi relatado um comportamento mecânico e óptico diferente da zircônia translúcida

devido às modificações em sua microestrutura [19,20]. Algumas das modificações que permitem que a zircônia seja translúcida incluem as reduções do tamanho do grão, uma densidade aumentada quando comparada com a zircônia de alta resistência e de alta área de superfície e a incorporação da fase cúbica [20]. Apesar da diminuição relativa da resistência deste material em comparação com a zircônia convencional, ela apresenta um comportamento mecânico apropriado que, em conjunto com as propriedades ópticas melhoradas, se tornaria um candidato oportuno para restaurações monolíticas [20,22]. Como contraponto, essas modificações microestruturais podem levar a uma diminuição da resistência adesiva da zircônia translúcida. Mesmo que o comportamento adesivo deste material tenha sido recentemente descrito na literatura com resultados promissores [21], segundo o conhecimento dos autores, ainda não existem estudos comparando o desempenho adesivo entre a zircônia convencional e a zircônia translúcida quando utilizados os protocolos mais comuns para esse fim.

A cimentação adesiva de restaurações de zircônia tem sido recomendada para melhorar a retenção [23], adaptação marginal [24] e a possibilidade de obter preparações dentárias mais conservadoras. Uma vez que a superfície de zircônia não favorece a adesão duradoura, foram propostos vários métodos de condicionamento de superfície para melhorar a interação entre cimentos à base de resina e a superfície da zircônia [4,25,26]. Entre todos os métodos propostos, o método mais simples, funcional e amplamente utilizado é o jateamento com partículas Al_2O_3 [8,13,27].

O jateamento com partículas de Al_2O_3 é responsável por remover a contaminação da superfície de cimentação, limpá-la e criar uma superfície áspera que aumenta a área e melhora a energia da superfície [28]. Para este fim, partículas entre 30 e 120 μm mostram resultados semelhantes [25]. No entanto, utilizaram-se partículas de 50 μm para este estudo devido a possível criação de espaços na interface união quando são utilizadas partículas maiores [28].

Um outro método de condicionamento físico-químico comumente aceito é o revestimento de sílica da superfície da zircônia por meio do tratamento triboquímico utilizando partículas de Al_2O_3 revestidas com sílica (30 - 110 μm) [4, 29]. Este método de condicionamento, além de criar micro rugosidade na superfície da zircônia, também ativa quimicamente sua superfície para reagir com os agentes de união silano [28, 30].

Para permitir uma resistência de união durável, o uso de MDP

também foi proposto, pois promove uma ligação química aos óxidos metálicos resistente à água [11,12,15]. Atualmente surgiram adesivos universais que apresentam monômeros de fosfato de éster e silano na sua composição [16]. Este estudo revelou que a combinação do jateamento com partículas Al_2O_3 ou o tratamento triboquímico e aplicação de um adesivo universal que contém MDP aumentou a força de resistência para a zircônia convencional e translúcida como relatado no estudo de Amaral *et al.* [16].

Os resultados da resistência adesiva à microtração mostrados nos grupos que receberam tratamento triboquímico foram mais baixos dos que mostrados nos grupos que receberam jateamento com partículas de Al_2O_3 . Essas descobertas podem estar relacionadas com a rugosidade nos grupos G3 e G6 que foram estatisticamente similares aos grupos G1 e G4. Resultados semelhantes foram relatados por Tanaka *et al.* [13], assumindo uma diminuição na área adesiva pela sílica incorporada na superfície da zircônia.

O tratamento mecânico da superfície tem um efeito significativo na eficácia adesiva, uma vez que os grupos sem tratamento superficial (G1 e G4) demonstraram os valores mais baixos de resistência adesiva. Ambos os modos de falha e a percentagem de área remanescente do adesivo de cada grupo estiveram de acordo com os valores de resistência adesiva à microtração.

Mesmo após o envelhecimento por termociclagem, houve apenas um ligeiro efeito nos valores de resistência adesiva, sugerindo uma união durável à zircônia translúcida, quando retenções micromecânicas e adesão química são realizadas. Isso está de acordo com o estudo de Salem *et al.* [21]. O envelhecimento por termociclagem foi selecionado para representar a pior situação, pretendendo simular um ano de função in vivo após 10.000 ciclos [31, 27].

Apesar de vários métodos de teste terem sido utilizados na literatura para avaliar a resistência de união de materiais à base de resina com cerâmicas, o teste de microtração ainda é o mais adequado [27, 32]. Algumas das vantagens desse teste são o melhor alinhamento dos espécimes e a distribuição mais homogênea da tensão [33], esperando a ocorrência de falha no elo mais fraco da interface adesiva. No presente estudo, foi proposta uma abordagem diferente para superar algumas dificuldades durante o corte de um material extremamente duro como a zircônia. Por meio desta metodologia diferenciada foi possível reduzir a quantidade de zircônia necessária para realizar os testes, facilitando também as etapas de corte e mantendo o maior esforço de tração nas interfaces adesivas. No entanto, dificuldades foram observadas no grupo G4, onde algumas microbarras descolaram durante a secção, sendo

necessário preparar mais espécimes do que para outros grupos.

5. Conclusões

Dentro das limitações deste estudo, foi possível concluir que os valores de resistência adesiva da zircônia translúcida são inferiores aos da zircônia convencional. Uma resistência adesiva durável para a zircônia translúcida foi alcançada após o tratamento mecânico de sua superfície com partículas de Al_2O_3 ou tratamento triboquímico em combinação com um adesivo universal. O uso de adesivos universais após o tratamento mecânico de superfície da zircônia parece ser um método apropriado para a adesão de zircônia convencional e translúcida.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao professor Paulo Francisco Cesar do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo e de toda a equipe do CERMAT-UFSC, por permitir o acesso aos equipamentos e toda a ajuda prestada.

REFERÊNCIAS

- [1] Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 2013;57:236–61.
- [2] Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. *Dent Mater* 2015;31:e63–76.
- [3] Vagkopoulou T. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. 2009.
- [4] Burke FJ, Fleming GJP, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Adhes Dent* 2002;4.
- [5] Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent* 1994;71:453–61.
- [6] Papia E, Larsson C, Toit M, Steyern PV. Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 2014;102:395–413.

- [7] Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater* 2011;27:71–82.
- [8] Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res* 2014;93:329–34.
- [9] Yukiko T, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J* 2006;25:669–74.
- [10] Chen L, Suh BI. Bonding of resin materials to all-ceramics: a review. *Curr Res Dent* 2012;3:7–17.
- [11] Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64–71.
- [12] Alnassar T, Ozer F, Chiche G, Blatz MB. Effect of different ceramic primers on shear bond strength of resin-modified glass ionomer cement to zirconia. *J Adhes Sci Technol* 2016;30:2429–38.
- [13] Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87:666–70.
- [14] Nakayama D, Koizumi H, Komine F, Blatz MB, Tanoue N, Matsumura H. Adhesive bonding of zirconia with single-liquid acidic primers and a tri-n-butylborane initiated acrylic resin. *J Adhes Dent* 2010;12.
- [15] 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 Part B Appl Biomater* 2010;95:69–74.
- [16] Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent* 2014;42:90–8.
- [17] Pilo R, Kaitsas V, Zinelis S, Eliades G. Interaction of zirconia primers with yttria-stabilized zirconia surfaces. *Dent Mater* 2016;32:353–62.
- [18] Seabra B, Arantes-Oliveira S, Portugal J. Influence of multimode universal adhesives and zirconia primer application techniques on zirconia repair. *J Prosthet Dent* 2014;112:182–7.
- [19] Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater* 2014;30:1195–203.
- [20] Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area. *Ceram Int* 2016;42:1077–85.

- [21] Salem R, el Naggar G, Aboushelib M, Selim D. Microtensile Bond Strength of Resin-bonded High-translucency Zirconia Using Different Surface Treatments. *J Adhes Dent* 2016;18.
- [22] McLaren EA, Lawson N, Choi J, Kang J, Trujillo C. New High-Translucent Cubic-Phase-Containing Zirconia: Clinical and Laboratory Considerations and the Effect of Air Abrasion on Strength. *Compend Contin Educ Dent (Jamesburg, NJ 1995)* 2017;38:e13.
- [23] Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003;89:268–74.
- [24] Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005;21:1158–62.
- [25] Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent* 2015;113:212–9.
- [26] Subaşı MG, İnan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci* 2014;29:19–27.
- [27] Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2015;17:7–26.
- [28] ÖZCAN M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J* 2008;27:99–104.
- [29] Sarmiento HR, Campos F, Sousa RS, Machado JPB, Souza ROA, Bottino MA, et al. Influence of air-particle deposition protocols on the surface topography and adhesion of resin cement to zirconia. *Acta Odontol Scand* 2014;72:346–53.
- [30] Atsu SS, Kilicarlan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95:430–6.
- [31] Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27:89–99.
- [32] 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;31:648–56.
- [33] Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 2007;9.

ANEXOS

Tabela 1: Informações dos fabricantes sobre produtos utilizados.

Produto	Fabricante	Composição descrição/massa%	Lote
Upcera dental zirconia blank, HT (98-14)	Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd. Liaoning, China	ZrO ₂ +HfO ₂ : 94%~95%, Y ₂ O ₃ : 4.5%~6.0%, Al ₂ O ₃ : <0.5%, outros óxidos: <0.5%	L2261210668 -2
Upcera dental zircônia branca para restaurações estéticas TT (98-14)	Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd. Liaoning, China	ZrO ₂ +HfO ₂ : 86.3%~94.2%, Y ₂ O ₃ : 5.8%~9.7%, Fe ₂ O ₃ : <0.5%, Al ₂ O ₃ : <0.5%, Er ₂ O ₃ : <2%, outros óxidos: <0.5%	L4260126042 -12
Single Bond Universal Adesivo	3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha	MDP monômero fosfatado, resinas de dimetacrilato, HEMA, Vitrebond™ copolímero, <i>filler</i> , etanol, água, iniciadores, silano	1609800285
RelyX Ultimate, Base (Clicker Dispenser)	3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha	Monômeros de metacrilato, radiopaco, <i>silanated fillers</i> , componentes iniciadores, estabilizadores, aditivos reológicos	16033000367
RelyX Ultimate, Base (Clicker Dispenser)	3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha	Monômeros de metacrilato, radiopaco alcalino (básico) <i>fillers</i> , componentes iniciadores, estabilizadores, pigmentos, aditivos reológicos, tinta de fluorescência, ativador dual para o Adesivo Universal Single Bond	

MDP: 10 meta-crilóiloxidecil diidro-genofosfato; HEMA: 2-hidroxietil metacrilato

Tabela 2: Distribuição dos grupos de acordo com o tratamento de superfície aplicado.

Grupos (n=30)	Tratamento de superfície
G1	Zircônia convencional: sem tratamento de superfície, cimentados
G2	Zircônia convencional: jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μ m)
G3	Zircônia convencional: tratamento triboquímico com partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (50 μ m)
G4	Zircônia translúcida: sem tratamento de superfície
G5	Zircônia translúcida: jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μ m)
G6	Zircônia translúcida: tratamento triboquímico com partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (50 μ m)

Tabela 3: Resultados da análise estatística dos valores da rugosidade da superfície (Ra) em micrômetros (m). As mesmas letras na mesma coluna indicam diferenças não significativas de acordo com o teste de Tukey ($p > 0,05$)

Grupos	n	Media	Desvio Padrão	One-Way ANOVA
				Valor de <i>p</i>
G1	6	0.23 a	±0.023	0,000
G2	6	0.36 b	±0.032	
G3	6	0.25 a	±0.026	
G4	6	0.26 a	±0.084	
G5	6	0.35 b	±0.023	
G6	6	0.28 a	±0.026	

Tabela 4: Análise Weibull para os dados de resistência adesiva e os modos de falha obtidos.

Zircônia convencional					Zircônia translúcida						
Pre-tratamento da Zircônia	Envelhecimento	Análise de Weibull		% de falhas mistas	ARA	Pre-tratamento da Zircônia	Envelhecimento	Análise de Weibull		% de falhas mistas	ARA
G1	Sem envelhecimento	m	2,16	66,67	23,37	G4	Sem envelhecimento	m	2,57	20,00	4,52
		σ_0	12,55					σ_0	11,07		
		m	2,38					m	3,15		
		σ_0	10,75					σ_0	7,31		
	Com envelhecimento	m	2,28	18,52	7,41		Com envelhecimento	m	1,99	7,69	4,48
		σ_0	7,59					σ_0	4,41		
		m	1,94					m	2,86		
		σ_0	9,56					σ_0	5,06		

G2	Sem envelhecimento	m	3,80	100,00	66,85	G5	Sem envelhecimento	m	5,59	100,00	58,22
		σ_0	24,61					σ_0	17,95		
		m	3,94					m	4,72		
		σ_0	22,10					σ_0	18,78		
	Com envelhecimento	m	4,50	100,00	62,28		Com envelhecimento	m	3,64	100,00	54,18
		σ_0	22,44					σ_0	17,73		
		m	3,50					m	4,19		
		σ_0	23,02					σ_0	15,88		
G3	Sem envelhecimento	m	4,27	92,31	53,00	G6	Sem envelhecimento	m	3,67	90,00	32,15
		σ_0	21,71					σ_0	10,80		
		m	3,87					m	3,02		
		σ_0	16,46					σ_0	13,48		
	Com envelhecimento	m	3,98	100,00	58,00		Com envelhecimento	m	2,31	95,45	41,13
		σ_0	19,74					σ_0	13,05		
		m	4,98					m	3,32		
		σ_0	21,53					σ_0	12,83		

ARA: Área remanescente do adesivo; * A porcentagem remanescente representa falhas adesivas.

Fig. 1 - Diagrama esquemático mostrando a metodologia proposta.

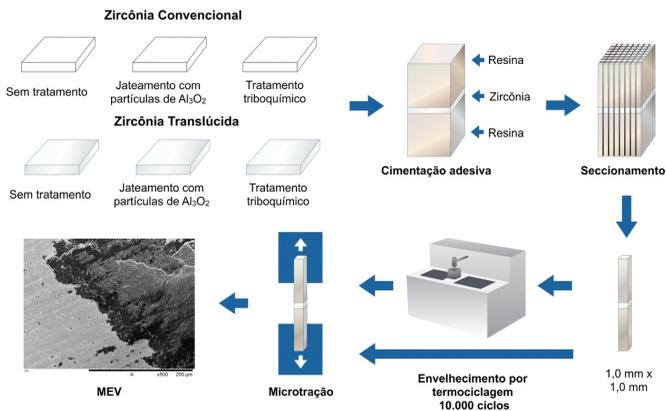


Fig. 2 - EDX. Espectros registrados para G1 mostrando uma falha mista: presença de adesivo na superfície da zircônia (1) (2), superfície de zircônia sem adesivo (3).

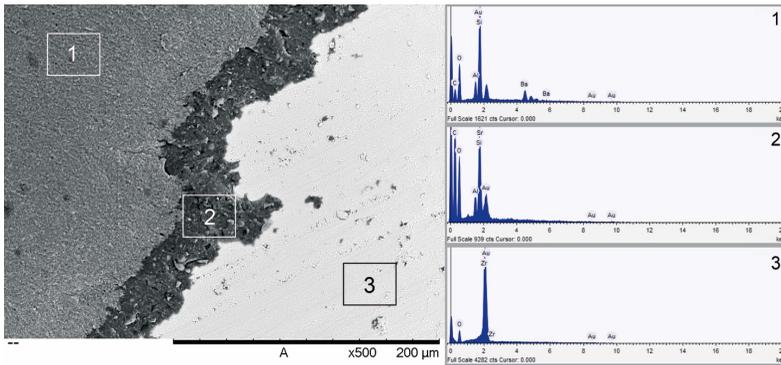


Fig. 3 - Gráfico de caixa representando os valores médios e desvio padrão da rugosidade de superfície (Ra)

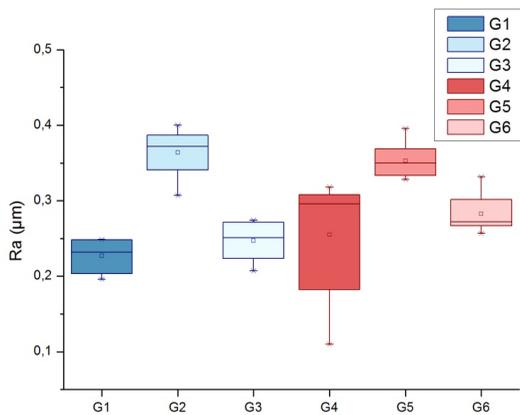


Fig. 4 - Análise de Weibull representando a distribuição cumulativa (A) e a densidade de probabilidade (B) dos grupos G1 e G4 antes e depois de envelhecimento por termociclagem (t).

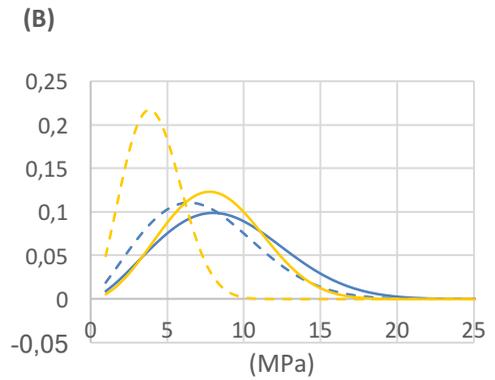
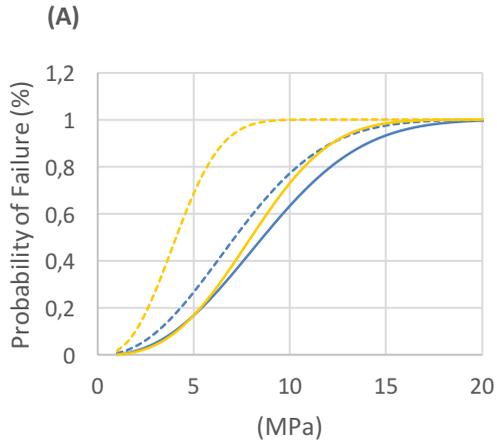


Fig. 5 Análise de Weibull representando a distribuição cumulativa (A) e a densidade de probabilidade (B) dos grupos G2 e G5 antes e depois de envelhecimento por termociclagem (t).

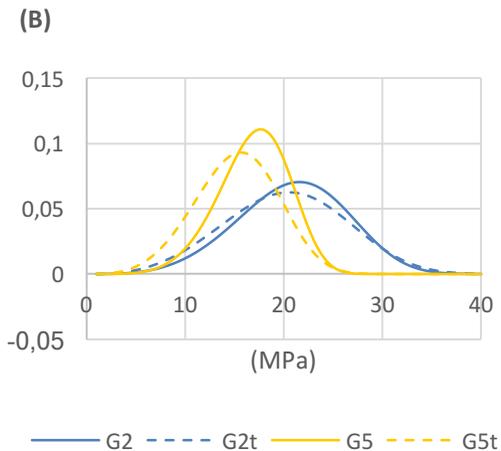
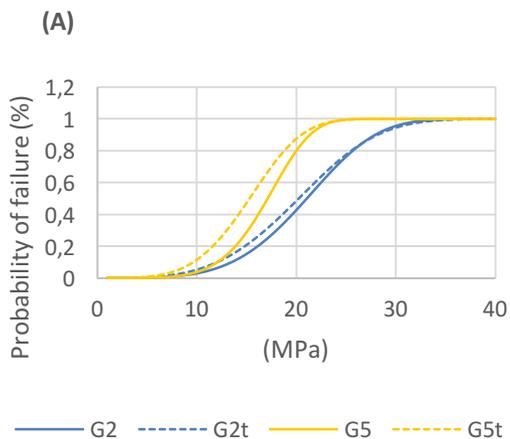


Fig. 6 - Análise de Weibull representando a distribuição cumulativa (A) e a densidade de probabilidade (B) dos grupos G3 e G6 antes e depois de envelhecimento por termociclagem (t).

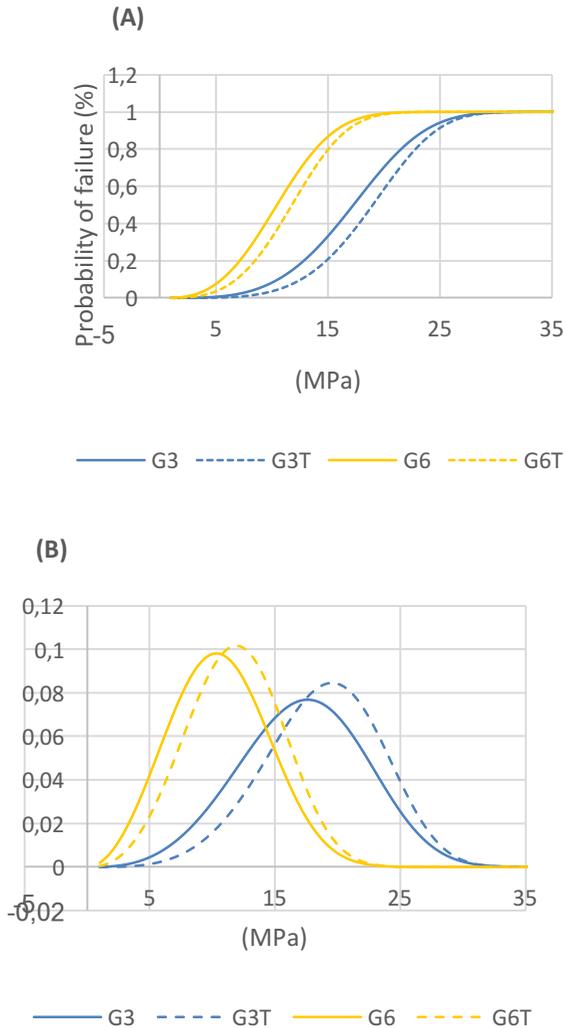


Fig. 7 - Área remanescente do adesivo antes e após o envelhecimento por termociclagem.

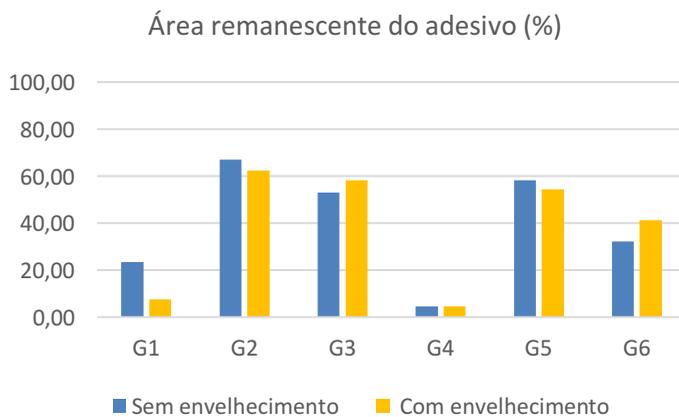


Fig. 8 - Imagens no MEV representativas de todos os grupos sem envelhecimento por termociclagem em aumentos de x120 e x500. Pode-se observar a falha adesiva característica do grupo G4, e falhas do tipo mista em todos os outros grupos.

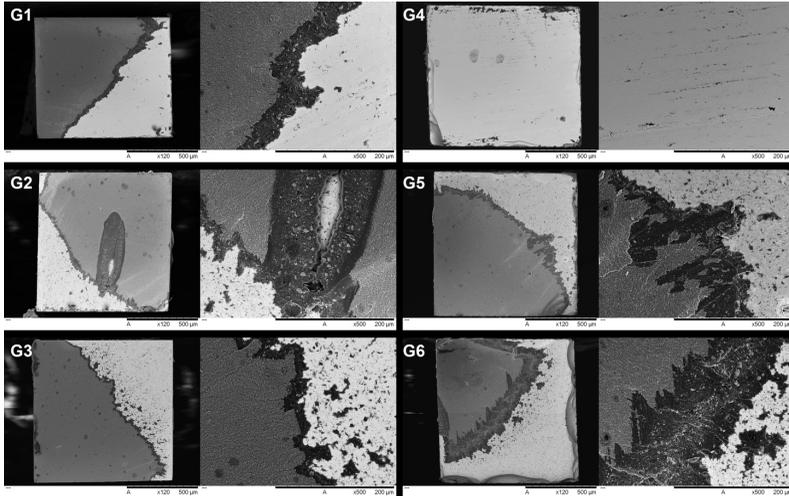
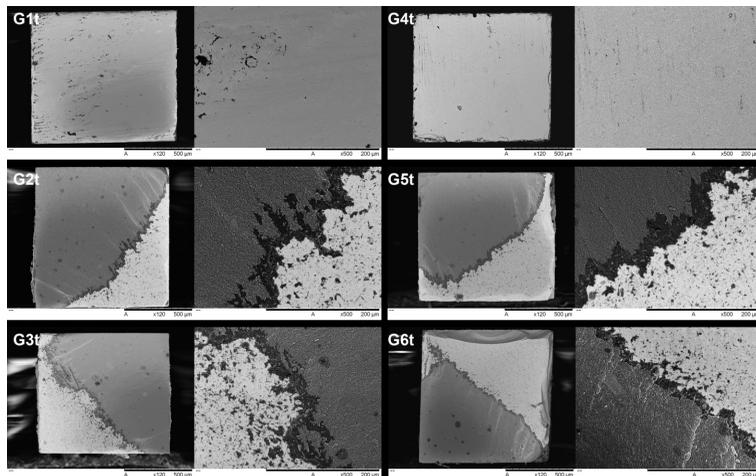


Fig. 9 - Imagens no MEV representativas de todos os grupos que foram envelhecidos por termociclagem em aumentos de x120 e x500. Falhas de tipo adesiva nos grupos G1 e G4, enquanto falhas de tipo mista nos grupos G2, G3, G4, G5 e G6 podem ser visualizadas.



4. ARTIGO EM INGLÊS

Article formatted for Dental Materials

Microtensile bond strength of conventional and translucent zirconia after different surface treatments

Edwin Ruales^a Bruno Henriques^b Claudia Angela Maziero Volpato^c

^aCenter for Education and Research on Dental Implants (CEPID), Post-Graduate Program in Dentistry (PPGO), Department of Dentistry (ODT), Federal University of Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, Brazil

^bCeramic and Composite Materials Research Group (CERMAT), Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil and Center of MicroElectroMechanical Systems (MEMS), UMinho, Guimarães, Portugal

^cDepartment of Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

Corresponding author

Edwin Ruales

edwinruales@gmail.com

Universidade Federal de Santa Catarina

Center for Education and Research on Dental Implants (CEPID)

Campus Trindade, Florianópolis, 88040-900, Brazil

ABSTRACT

Objectives. To compare the bonding behavior by microtensile bond strength test between high-translucent zirconia and conventional zirconia when applied different surface treatments in combination with a universal adhesive before and after hydrothermal ageing.

Methods. Conventional and high-translucent zirconia specimens were equitably divided in six groups according to the surface treatment received: without surface treatment (G1 e G4), air-borne particle abrasion with 50 μ m Al₂O₃ particles (G2-G5) and tribochemical treatment with 50 μ m silica modified Al₂O₃ particles (G3-G6). Specimens were treated using a universal adhesive containing MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE) and cemented to resins blocks using a resin cement (RelyX Ultimate, 3M ESPE). Microbar specimens with cross-sectioned areas of 1 mm² were achieved after sectioning. Half of the microbars were subjected to hydrothermal aging for 10,000 cycles. Bond strength was evaluated through microtensile bond strength test and failure mode analysis was performed. Morphological analysis of the specimens was also performed through optical profilometry and EDX analysis. Bond strength values were analyzed by the Weibull analysis. Values of m and σ_0 were statistically analyzed through Factorial ANOVA test ($p < 0.05$).

Results. Weibull analysis revealed the higher Weibull parameters of bond strength for conventional zirconia (G1, G2, G3). High-translucent zirconia groups (G4, G5, G6) showed lower Weibull parameters of bond strength.

Significance. Bond strength values of high-translucent zirconia are lower than those of conventional zirconia. The use of universal adhesives after mechanical surface treatment of zirconia could result in a durable bonding to conventional and high-translucent zirconia.

Keywords: Y-TZP; High-translucent zirconia; Microtensile bond strength; Resin cement

1. Introduction

Yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) ceramic has been differentiated from other all-ceramic materials due to its superior mechanical properties [1,2] and also its interesting optical behavior [3]. Nevertheless, Y-TZP being acid resistant reacts differently than vitreous ceramics, thus long-term survival of Y-TZP restorations still depends on adequate resin bonding [4,5].

In order to achieve appropriate adhesive bonding at the resin/ceramic interface, both micro-mechanical interlocking and chemical bonding are indicated [6–10]. Accordingly, the combination of surface roughening through air-borne particle abrasion and phosphate ester monomers included in silane coupling agents as 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP) was reported as an adequate method to achieve a durable resin bond [11,12]. Currently, tribochemical silica coating and/or the use of silane coupler together with a hydrophobic phosphoric acid monomer is one of the most reliable bonding protocols for zirconia [13–15].

Simplifying this procedure, one-bottle universal adhesives presenting both silane and phosphoric monomers in their composition [16], are indicated for bonding almost all kind of indirect restoration materials including zirconia and also dental tissues as enamel and dentin. The MDP contained in these adhesives would enable chemical bonding to zirconia through the formation of carboxylate and phosphate salts on its surface [17]. Some studies even have reported higher bonding strength to zirconia by the use of universal adhesives than application of zirconia primers alone, so it could be considerate as an appropriate alternative for bonding to zirconia [16,18].

However, high-translucent zirconia for the fabrication of monolithic aesthetic restorations has been recently introduced with major modifications on its microstructure, including smaller particles, higher density and the presence of cubic zirconia in its composition, making a hybrid of tetragonal-cubic zirconia [19,20]. Therefore, because of the structural modifications of this material, there is no consensus about a predictable protocol for bonding high-translucent zirconia and the possible reaction with the protocols established for bonding conventional zirconia [21,22].

The purpose of this study was to evaluate the effect of different surface treatments in combination with a universal

adhesive containing MDP on the bond strength to high-translucent zirconia in comparison with conventional zirconia before and after thermal ageing. The null hypothesis was that the structural modifications on high-translucent zirconia do not influence the bond strength after different surface treatments combined with a universal adhesive containing MDP in comparison with conventional zirconia.

2. Materials and methods

2.1. Preparation of the specimens

The study design is presented schematically in Fig. 1. Conventional and high-translucent zirconia ceramic blocks (Upcera; Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd., Liaoning, China) were sintered at 1480°C for 12h in a furnace (1700 Sinter; EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brazil) giving final dimensions of 10.0mm x 10.0mm x 1.50mm, after shrinkage. The zirconia specimens were then cleaned ultrasonically (Cristófoli, Paraná, Brazil) in ethanol for 20 minutes to ensure the absence of particulate debris and then air-dried immediately before surface treatment.

Table 1 presents the general composition and batch number of materials used in this study.

2.2. Surface treatments

According to the surface treatments, conventional and high-translucent zirconia blocks were randomly and equitably divided into six groups (Table 2). Surface treatments were equally performed in both sides of zirconia blocks and then ultrasonically cleaned in ethanol solution for 20 minutes and air-dried as a previous step to adhesively cement to resin blocks.

2.3. Bonding procedure

To simulate adhesive cementation, resin blocks (Opallis; FGM, Joinville, Brazil) were fabricated with dimensions of 10.0mm x 10.0mm x 6.0mm. Blocks were polished with 400 grit silicon carbide papers and then cleaned ultrasonically in distilled

water for 20 minutes.

Cementation was carried out using a universal adhesive containing MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Germany) and a resin cement (RelyX Ultimate, 3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Germany) according to the manufacturer's instructions. The admixed adhesive cement was placed in both sides of zirconia blocks and then were bonded to the resin blocks under a fixed load of 20N. The excess of resin cement was wiped off with a brush and then each side of zirconia blocks were light-cured for 40 s (Optilight Max; Gnatus Equipamentos Médico-Odontológicos, São Paulo, Brazil), and left undisturbed for 5 min to complete self-curing.

Microbar specimens with cross-sectioned areas of 1 mm² were achieved through two perpendicular sections using a precision cutting device (Isomet; Buehler, An ITW Company, IL, USA) and a diamond-coated saw (IsoMet Blade, 15HC, 127mm; Buehler, An ITW Company, IL, USA) under water cooling.

Half of the bonded microbar specimens were stored in distilled water at room temperature for 24h. The other half was subjected to hydrothermal aging for 10,000 cycles (521-4D, Ethik Technology, São Paulo, Brazil) between two water baths, one at 5°C and the other at 55°C, with a dwell time of 30 s.

2.4. Microtensile Bond Strength Test

The microbars were glued to the attachment unit using cyanoacrylate glue (Almasuper; Almata Ind. e Com. Ltda., Curitiba, Brazil) taking care to equally locate the resin-to-zirconia interfaces in the free space of the attachment unit. The bond strength test was performed with a universal testing machine (Instron 4444; Illinois Tool Works Inc., MA, USA) at a crosshead speed of 1.0mm/min.

The bond strength values (in MPa) were measured by calculating the applied loads at failure (in newton) divided by the cross-section areas (in square millimeter). All broken microbars were gold sputter coated, and examined under a SEM (HITACHI Tabletop Microscope TM3030; Hitachi, Ltd., Tokyo, Japan) to assess whether the failure modes were adhesive (partial or complete failure in the adhesive or debonding of the adhesive from the surface), cohesive (partial or complete failure in the ceramic or composite), or mixed (combination of adhesive/cohesive failure). Also, a quantitative assessment of the adhesive remnant area was calculated using ImageJ open-source image analysis software

(Version 1.51m9; National Institutes of Health, MD, USA).

2.5. Morphological Analysis

Surface roughness of zirconia blocks before bonding procedures was obtained for all groups. The surface roughness parameter (R_a) consists in the arithmetic mean value between the peak and valley height values in the effective roughness profile of the zirconia surfaces. The blocks ($n=6$) were analyzed in the following conditions: as-sintered, air-particle abraded with $50\mu\text{m}$ Al_2O_3 particles and tribochemical treatment with silica-coated alumina particles of $50\mu\text{m}$. The evaluation of the surface roughness was conducted using an optical profilometer (DektakXT, Bruker Corporation, Massachusetts, USA) at six different areas on each block. The measurement length was 2 mm and a cut off at 0.25 mm for 3 s.

In order to characterize the surface of broken bars, a chemical analysis was performed by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX, Swift 2000, Hitachi, Japan) as illustrated in Fig. 2.

2.6. Data Analysis

To analyze the surface roughness, the (R_a) values of each block were submitted to the ANOVA One-Way test, differences between groups were analyzed using Tukey's test ($p < 0.05$).

Microtensile bond strength results were statistically analyzed using Weibull analysis to determine the Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0), in order to represent the accumulative distribution and probability density of each group. The following equation was used:

$$pf = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

Where $pf(\sigma)$ is the probability of failure, σ is the fracture strength, σ_0 is the characteristic strength at the fracture probability of 63.2% and m is the Weibull modulus. Specimens were randomly divided to obtain two values of m and σ_0 for each group that were statistically analyzed through Factorial ANOVA test.

3. Results

Table 3 lists the mean and the standard deviation values of surface roughness (R_a) for the six groups and the results of One-Way ANOVA and Tukey's tests. According to the One-Way ANOVA test, there were significant statistical differences between groups at the 0.05 level ($p=0,000$). Mean values of groups G2 and G5 were the highest with no significant statistical differences between them and statistically different from groups G1, G3, G4 and G6. There were no significant differences between groups G1, G3, G4 and G6 (Fig. 3).

Data of the Weibull analysis are graphically presented in Fig. 4-6. Table 4 summarizes the Weibull analysis for all groups. Weibull parameters of bond strength were higher for conventional zirconia groups (G1, G2, G3). High-translucency zirconia groups (G4, G5, G6) showed lower Weibull parameters of bond strength. Slight differences after hydrothermal aging in all groups suggests a decrease in the bond strength, however indicating a durable bond through time. The lowest Weibull parameters were for groups G1 and G4, where no surface treatment was performed, also demonstrating a decrease in the bond strength after hydrothermal aging. In accordance with these findings, the predominant mode of failure for groups G1 and G4 was adhesive, while for the other groups it was predominantly mixed (Fig. 7).

Factorial ANOVA analyzing the m values revealed no differences between groups regarding the type of material ($p=0,819$) and the hydrothermal aging ($p=0,160$), however were revealed differences regarding the type of surface treatment ($p=0,000$). Moreover, the analysis of σ_0 values revealed statistical differences between groups regarding the type of material ($p=0,000$) and the type of surface treatment ($p=0,000$) but no statistical differences regarding the hydrothermal aging ($p=0,104$).

4. Discussion

Based on the results obtained, the proposed null hypothesis was rejected. High-translucent zirconia groups resulted in lower values of microtensile bond strength compared to the conventional zirconia groups. Additionally, this behavior was repeated after hydrothermal aging.

High-translucent zirconia have emerged as an interesting alternative for monolithic restorations because of its mechanical

and optical properties, overcoming the limitations of conventional zirconia [20,22]. Nonetheless, in comparison with conventional zirconia, it has been reported a different mechanical and optical behavior of high-translucent zirconia due to the modifications in its microstructure [19,20]. Some of the modifications that allows zirconia to be translucent includes the reductions of the grain size, an increased density when compared with high-strength and high-surface area zirconia and the incorporation of cubic phase [20]. Despite the relative decrease in strength of this material in comparison with conventional zirconia, it shows an appropriate mechanical behavior that in conjunction with the improved optical properties would become an opportune candidate for monolithic dental restorations [20,22]. As a counterpoint, these microstructural modifications could lead to a decreasing in the bond strength of high-translucent zirconia.

Even though the adhesive behavior of this material has been recently described in literature with promising results [21], to the known of the authors, there is still not studies comparing the adhesive performance between conventional and high-translucent zirconia when using the most common protocols for this purpose.

Adhesive bonding of zirconia restorations has been recommended for improved retention [23], marginal adaptation [24] and the possibility of achieving more conservative tooth preparations. Since zirconia surface does not favor durable adhesive bonding, numerous surface conditioning methods have been proposed in order to improve the interaction between resin-based luting cements and the zirconia surface [4,25,26]. Among all methods proposed, the simplest, functional and widely employed method used is air-borne particle abrasion using Al_2O_3 particles [8,13,27].

Air-borne particle abrasion is responsible of removing the contamination from cementation surfaces, cleaning them and creating a rough surface that increase the surface area and improve the surface energy [28]. For this purpose, particles ranging from 30 to 120 μ m have shown similar results [25]. Nevertheless, particles of 50 μ m were used for this study due to possible ditching at the bonding interface when bigger particles are used [28].

One other commonly accepted physicochemical conditioning method is tribochemical silica coating using Al_2O_3 particles coated with silica layer (30 - 110 μ m) [4,29]. This

conditioning method besides creating a micro roughness at zirconia surface also chemically activates it to react to silane-coupling agents [28,30].

To enable a durable bond strength, the use of MDP has also been proposed as it promotes a water resistant chemical bond to metal oxides [11,12,15]. Lately, universal adhesives presenting both silane and phosphate ester monomers in their composition have appeared [16].

This study revealed that the combination of air-particle abrasion or tribochemical treatment and application of a universal adhesive containing MDP increased the bond strength to conventional and high-translucent zirconia as related in a similar study of Amaral et al [16].

Lower microtensile bond strength results were shown in tribochemical treated groups in comparison with air-particle abraded groups. These findings could be related with the roughness in groups G3 and G6 that were statistically like groups G1 and G4. Similar outcomes were reported by Tanaka et al [13], assuming a decrease in the bonding area by the silica embedded in the zirconia surface.

Mechanical surface treatment has a significant effect on bonding efficacy since groups without any surface treatment (G1 and G4), demonstrated the lowest microtensile bond strength values. Both the failure modes and the adhesive remnant area percentage of each group were in accordance to the microtensile bond strength values.

Even after hydrothermal aging, there were only a slight effect on the microtensile bond strength values suggesting a durable bond to high-translucent zirconia when micromechanical retentions and chemical bonding is performed, it in accordance with the study of Salem et al [21]. Hydrothermal aging was chosen for representing the worst case scenario and was intended to simulate a year of in vivo function after 10,000 cycles [31,27].

Despite that several testing methods have been indicated to evaluate the bond strength of resin-based materials to ceramics, microtensile bond strength test would be the more appropriate one [27,32]. Some of the advantages of the test are the better alignment of the specimens and more homogeneous distribution of stress [33], expecting the failure occurrence at the weakest link of the bonding interface. At the present study, a different approach was proposed to overcome some difficulties of cutting an extremely hard material as zirconia. Through this differentiated methodology

was possible to reduce the amount of zirconia needed to perform the tests also facilitating the sectioning steps while maintaining the higher tensile stress at the bonded interfaces. However, difficulties were observed on group G4 were most of the bars debonded during sectioning so it was necessary to prepare more specimens than other groups.

5. Conclusions

Within the limitations of this study, it is possible to conclude that the bond strength values of high-translucent zirconia are lower than those of conventional zirconia. A durable bond strength to high-translucent zirconia was achieved after mechanical treatment of their surface by air-borne particle abrasion or tribochemical treatment in combination with a universal adhesive containing MDP. The use of universal adhesives containing MDP after mechanical surface treatment of zirconia seems as an appropriate method for bonding conventional and translucent zirconia.

Acknowledgements

The authors would like to thank professor Paulo Francisco Cesar of the Department of Biomaterials and Oral Biology of the School of Dentistry of the São Paulo University and all CERMAT-UFSC team, for allowing access to equipment and for all the help provided.

REFERENCES

- [1] Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 2013;57:236–61.
- [2] Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. *Dent Mater* 2015;31:e63–76.
- [3] Vagkopoulou T. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. 2009.
- [4] Burke FJ, Fleming GJP, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Adhes Dent* 2002;4.
- [5] Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica

coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent* 1994;71:453–61.

[6] Papia E, Larsson C, Toit M, Steyern PV. Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 2014;102:395–413.

[7] Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater* 2011;27:71–82.

[8] Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res* 2014;93:329–34.

[9] Yukiko T, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J* 2006;25:669–74.

[10] Chen L, Suh BI. Bonding of resin materials to all-ceramics: a review. *Curr Res Dent* 2012;3:7–17.

[11] Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64–71.

[12] Alnassar T, Ozer F, Chiche G, Blatz MB. Effect of different ceramic primers on shear bond strength of resin-modified glass ionomer cement to zirconia. *J Adhes Sci Technol* 2016;30:2429–38.

[13] Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87:666–70.

[14] Nakayama D, Koizumi H, Komine F, Blatz MB, Tanoue N, Matsumura H. Adhesive bonding of zirconia with single-liquid acidic primers and a tri-n-butylborane initiated acrylic resin. *J Adhes Dent* 2010;12.

[15] 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 Part B Appl Biomater* 2010;95:69–74.

[16] Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent* 2014;42:90–8.

[17] Pilo R, Kaitsas V, Zinelis S, Eliades G. Interaction of zirconia primers with yttria-stabilized zirconia surfaces. *Dent Mater* 2016;32:353–62.

- [18] Seabra B, Arantes-Oliveira S, Portugal J. Influence of multimode universal adhesives and zirconia primer application techniques on zirconia repair. *J Prosthet Dent* 2014;112:182–7.
- [19] Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater* 2014;30:1195–203.
- [20] Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area. *Ceram Int* 2016;42:1077–85.
- [21] Salem R, el Naggar G, Aboushelib M, Selim D. Microtensile Bond Strength of Resin-bonded High-translucency Zirconia Using Different Surface Treatments. *J Adhes Dent* 2016;18.
- [22] McLaren EA, Lawson N, Choi J, Kang J, Trujillo C. New High-Translucent Cubic-Phase-Containing Zirconia: Clinical and Laboratory Considerations and the Effect of Air Abrasion on Strength. *Compend Contin Educ Dent (Jamesburg, NJ 1995)* 2017;38:e13.
- [23] Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003;89:268–74.
- [24] Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005;21:1158–62.
- [25] Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent* 2015;113:212–9.
- [26] Subaşı MG, İnan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci* 2014;29:19–27.
- [27] Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2015;17:7–26.
- [28] Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J* 2008;27:99–104.
- [29] Sarmento HR, Campos F, Sousa RS, Machado

JPB, Souza ROA, Bottino MA, et al. Influence of air-particle deposition protocols on the surface topography and adhesion of resin cement to zirconia. *Acta Odontol Scand* 2014;72:346–53.

[30] Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95:430–6.

[31] Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27:89–99.

[32] 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;31:648–56.

[33] Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 2007;9.

Table 1: Manufacturers' information on products used.

Product	Manufacturer	Composition description/mass %	Batch
Upcera dental zirconia blank, HT (98-14)	Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd. Liaoning, China	ZrO ₂ +HfO ₂ : 94%~95%, Y ₂ O ₃ : 4.5%~6.0%, Al ₂ O ₃ : <0.5%, other oxides: <0.5%	L2261210668-2
Upcera dental zirconia blank for aesthetic restorations, TT (98-14)	Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd. Liaoning, China	ZrO ₂ +HfO ₂ : 86.3%~94.2%, Y ₂ O ₃ : 5.8%~9.7%, Fe ₂ O ₃ : <0.5%, Al ₂ O ₃ : <0.5%, Er ₂ O ₃ : <2%, other oxides: <0.5%	L4260126042-12
Single Bond Universal Adhesive	3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Germany	MDP phosphate monomer, dimethacrylate resins, HEMA, Vitrebond™ copolymer, filler, ethanol, water, initiators, silane	1609800285
RelyX Ultimate, Base (Clicker Dispenser)	3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Germany	Methacrylate monomers, radiopaque, silanated fillers, initiator components, stabilizers, rheological additives	16033000367
RelyX Ultimate,	3M ESPE, Deutschland	Methacrylate monomers,	

Base (Clicker Dispenser)	GmbH, Seefeld, Germany	radiopaque alkaline (basic) fillers, initiator components, stabilizers, pigments, rheological additives, fluorescence dye, dual-cure activator for Single Bond Universal Adhesive	
MDP: 10-methacryloyloxy-decyl-dihydrogenphosphate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate.			

Table 2: Group distribution according to the surface treatment applied.

Groups (n=30)	Surface treatment
G1	Conventional zirconia: without surface treatment
G2	Conventional zirconia: Aluminum oxide air-particle abrasion with 50um particle
G3	Conventional zirconia: Tribochemical treatment with silica-coated alumina particles of 50um
G4	Translucent zirconia: without surface treatment
G5	Translucent zirconia: Aluminum oxide air-particle abrasion with 50um particle
G6	Translucent zirconia: Tribochemical treatment with silica-coated alumina particles of 50um

Table 3: Results of the statistical analysis of surface roughness values (R_a) in micrometers (μm). The same letters in the same column indicates no significant differences according to Tukey's test ($p>0.05$)

Groups	n	Mean	Standard deviation	One-Way ANOVA
				<i>p</i> value
G1	6	0.23 a	± 0.023	0.000
G2	6	0.36 b	± 0.032	
G3	6	0.25 a	± 0.026	
G4	6	0.26 a	± 0.084	
G5	6	0.35 b	± 0.023	
G6	6	0.28 a	± 0.026	

Table 4: Weibull analysis for bond strength data and recorded failure mode

Zircônia convencional					Zircônia translúcida						
Zirconia pre-treatment	Aging	Weibull analysis		% of mixed failure	ARA	Zirconia pre-treatment	Aging	Weibull analysis		% of mixed failure	ARA
G1	As sintered	m	2,16	66,67	23,37	G4	As sintered	m	2,57	20,00	4,52
		σ_0	12,55					σ_0	11,07		
		m	2,38					m	3,15		
		σ_0	10,75					σ_0	7,31		
	Hydrothermal aging	m	2,28	18,52	7,41		Hydrothermal aging	m	1,99	7,69	4,48
		σ_0	7,59					σ_0	4,41		
		m	1,94					m	2,86		
		σ_0	9,56					σ_0	5,06		

G2	As sintered	m	3,80	100,00	66,85	G5	As sintered	m	5,59	100,00	58,22
		σ_0	24,61					σ_0	17,95		
		m	3,94					m	4,72		
		σ_0	22,10					σ_0	18,78		
	Hydrothermal aging	m	4,50	100,00	62,28		Hydrothermal aging	m	3,64	100,00	54,18
		σ_0	22,44					σ_0	17,73		
		m	3,50					m	4,19		
		σ_0	23,02					σ_0	15,88		
G3	As sintered	m	4,27	92,31	53,00	G6	As sintered	m	3,67	90,00	32,15
		σ_0	21,71					σ_0	10,80		
		m	3,87					m	3,02		
		σ_0	16,46					σ_0	13,48		
	Hydrothermal aging	m	3,98	100,00	58,00		Hydrothermal aging	m	2,31	95,45	41,13
		σ_0	19,74					σ_0	13,05		
		m	4,98					m	3,32		
		σ_0	21,53					σ_0	12,83		

ARA: Adhesive remnant area; *The rest percentage represents adhesive failures.

Fig. 1 - Schematic diagram showing the followed methodology

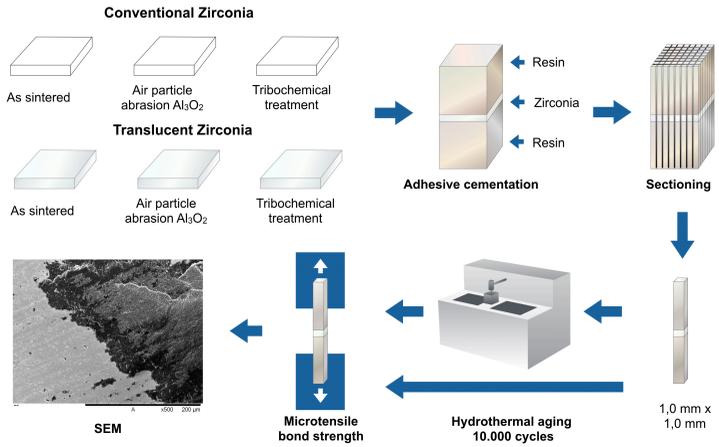


Fig. 2 - EDX spectra recorded for G1 showing a mixed failure: presence of adhesive on the zirconia surface (1)(2), zirconia surface without adhesive (3).

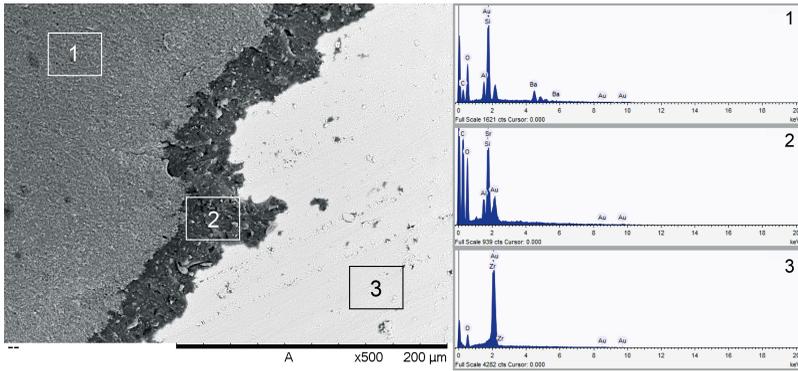


Fig. 3 - Box chart representing means and SD of surface roughness values (R_a)

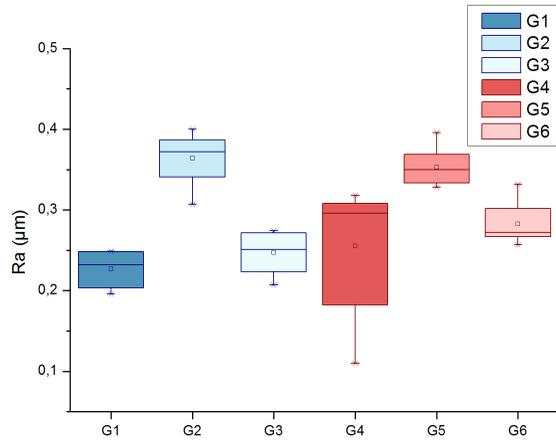


Fig. 4 - Weibull analysis representing the accumulative distribution (A) and probability density (B) of groups G1 and G4 before and after hydrothermal aging (t).

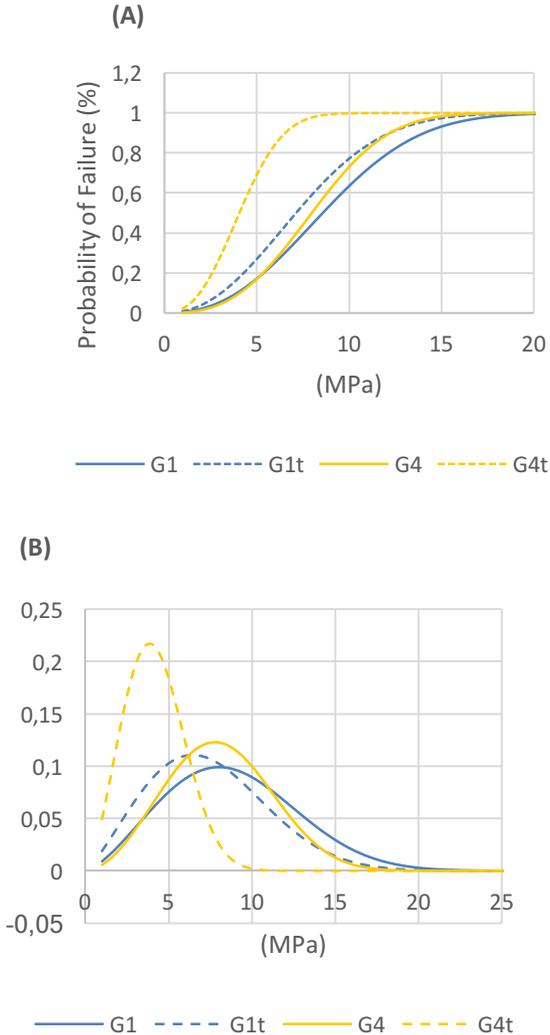


Fig. 5 - Weibull analysis representing the accumulative distribution (A) and probability density (B) of groups G2 and G5 before and after hydrothermal aging (t).

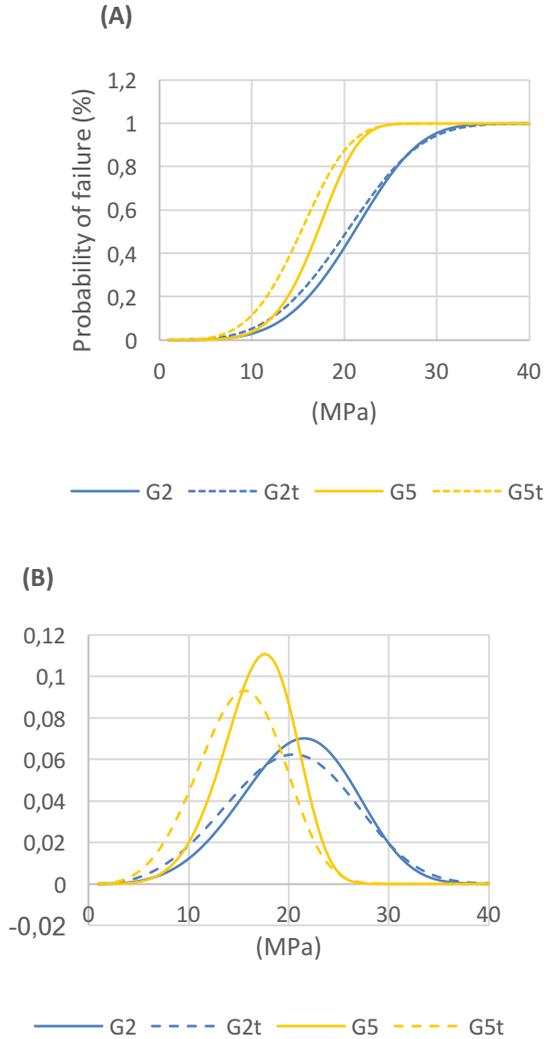


Fig. 6 - Weibull analysis representing the accumulative distribution (A) and probability density (B) of groups G3 and G6 before and after hydrothermal aging (t).

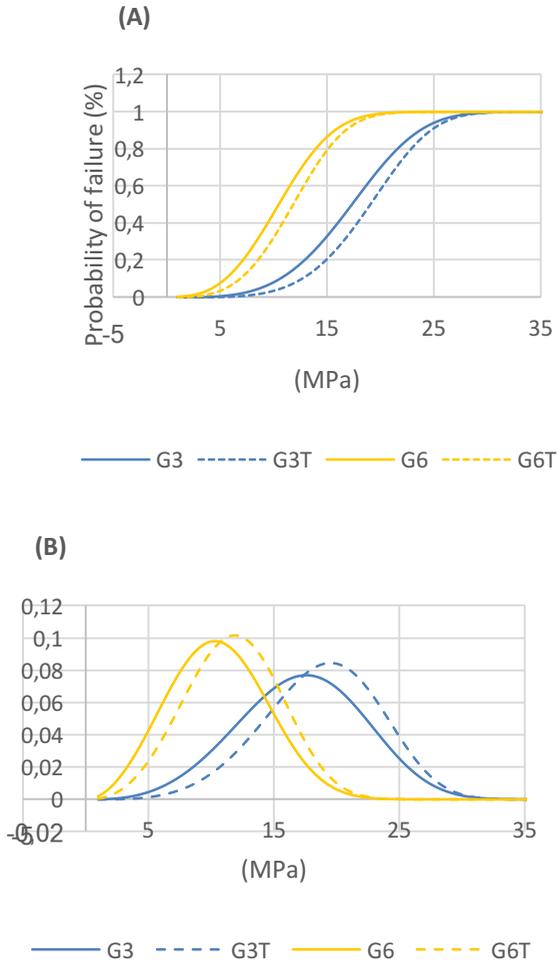


Fig. 7 - Adhesive remnant area before and after hydrothermal aging.

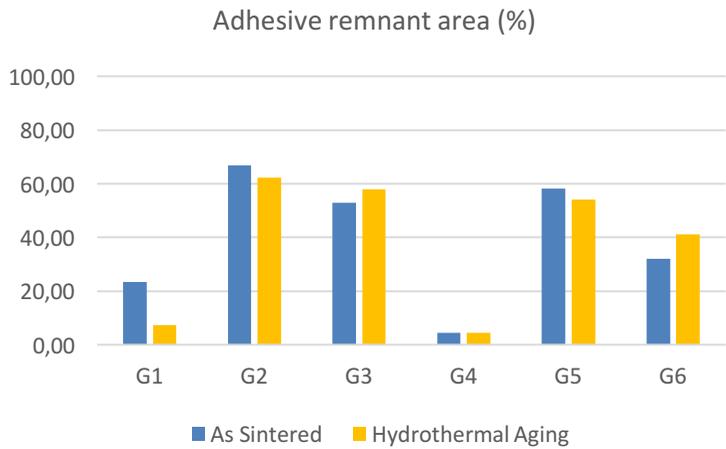


Fig. 8 - Representative SEM images of all groups without hydrothermal aging at magnifications of x120 and x500. Adhesive failure mode of groups G4 while mixed failure mode on all other groups can be seen.

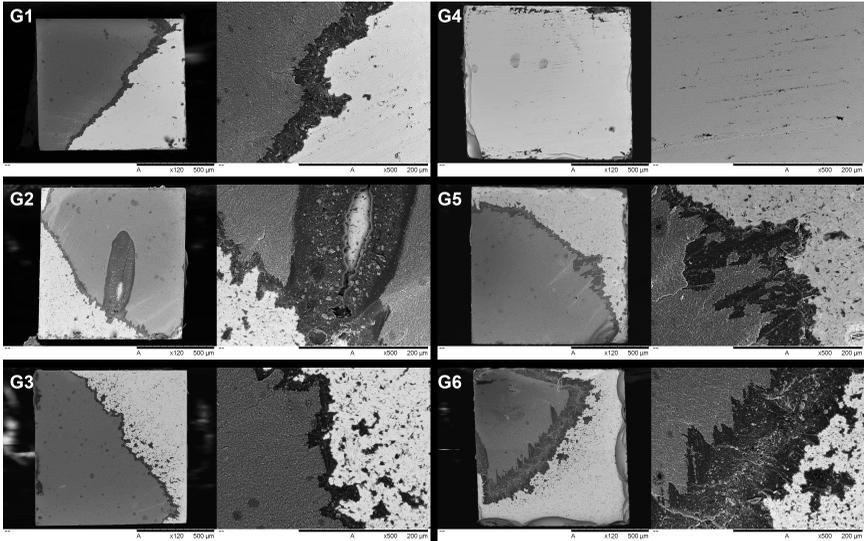
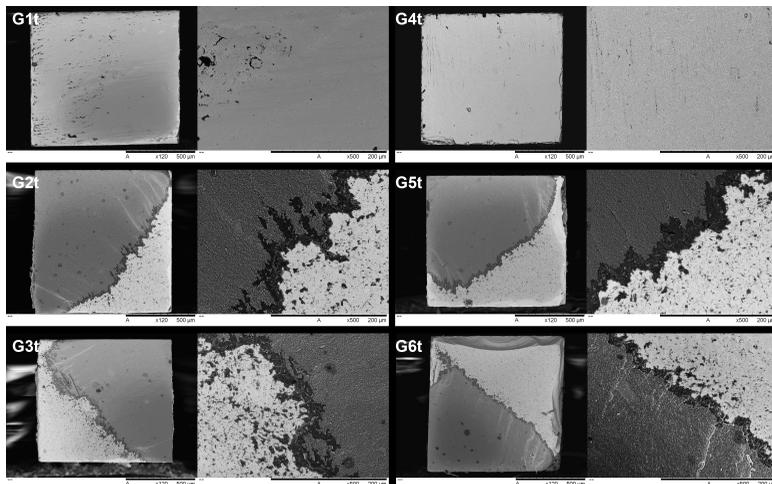


Fig. 9 - Representative SEM images of all groups subjected to hydrothermal aging (t) at magnifications of x120 and x500. Adhesive failure mode of groups G1 and G4 while mixed failure mode of groups G2, G3, G4, G5 and G6 can be seen.



5. REFERÊNCIAS

1. ABOUSHELIB, M.N. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 13, n. 3, p. 255, 2011.
2. ABOUSHELIB, M.N.; KLEVERLAAN, C.J.; FEILZER, A.J. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 98, n. 5, p. 379-388, 2007.
3. ALNASSAR, T. et al. Effect of different ceramic primers on shear bond strength of resin-modified glass ionomer cement to zirconia. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 30, n. 22, p. 2429-2438, 2016.
4. ATSU, S.S. et al. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 95, n. 6, p. 430-436, 2006.
5. ATTIA, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic-influence of surface treatment and thermocycling. **Journal of Applied Oral Science**, v. 19, n. 4, p. 388-395, 2011.
6. BLATZ, M.B. et al. How to Bond Zirconia: The APC Concept. **Compendium of Continuing Education in Dentistry (Jamesburg, NJ: 1995)**, v. 37, n. 9, p. 611, 2016.
7. BLATZ, M.B. et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. **Clinical Oral Investigations**, v. 14, n. 2, p. 187-192, 2010.
8. BLATZ, M.B. et al. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. **Quintessence International**, v. 38, n. 9, 2007.
9. BLATZ, M.B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 3, p. 268-274, 2003.
10. BORGES, G.A. et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 5, p. 479-488, 2003.
11. BURKE, F.J. et al. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 4, n. 1, 2002.

12. CAVALCANTI, A.N. et al. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 3, p. 280-287, 2009.
13. CHEUNG, G.J.K.; BOTELHO, M.G. Zirconia Surface Treatments for Resin Bonding. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 17, n. 6, 2015.
14. CURA, C. et al. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 14, n. 1, p. 75, 2012.
15. CURTIS, A.R.; WRIGHT, A.J.; FLEMING, G.J.P. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. **Journal of Dentistry**, v. 34, n. 3, p. 195-206, 2006.
16. DE CASTRO, H.L. et al. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. **Dental Materials**, v. 28, n. 11, p. 1191-1197, 2012.
17. DE OYAGÜE, R.C. et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dental Materials**, v. 25, n. 2, p. 172-179, 2009.
18. DELLA BONA, A. et al. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. **Dental Materials**, v. 23, n. 6, p. 769-775, 2007.
19. DÉRAND, P.; DÉRAND, T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. **International Journal of Prosthodontics**, v. 13, n. 2, 2000.
20. DERAND, T. et al. Bond strength of luting materials to ceramic crowns after different surface treatments. **The European Journal of Prosthodontics and Restorative Dentistry**, v. 16, n. 1, p. 35-38, 2008.
21. DERAND, T.; MOLIN, M.; KVAM, K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. **Dental Materials**, v. 21, n. 12, p. 1158-1162, 2005.
22. DURAN, P.; MOURE, C. Sintering at near theoretical density and properties of PZT ceramics chemically prepared. **Journal of Materials Science**, v. 20, n. 3, p. 827-833, 1985.

23. EHLERS, V. et al. Effect of thermocycling with or without 1 year of water storage on retentive strengths of luting cements for zirconia crowns. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 113, n. 6, p. 609-615, 2015.
24. EL-KORASHY, D.I.; EL-REFAI, D.A. Mechanical properties and bonding potential of partially stabilized zirconia treated with different chemomechanical treatments. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 16, n. 4, 2014.
25. ERDEM, A. et al. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. **Operative Dentistry**, v. 39, n. 3, p. E118-E127, 2014.
26. FERRARI, M.; VICHI, A.; ZARONE, F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. **Dental Materials**, v. 31, n. 3, p. e63-e76, 2015.
27. GARVIE, R.C.; NICHOLSON, P.S. Structure and Thermomechanical Properties of Partially Stabilized Zirconia in the CaO-ZrO₂ System. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 55, n. 3, p. 152-157, 1972.
28. GUAN, S.; ZHANG, X.; LIU, Z. Energy landscape of zirconia phase transitions. **Journal of the American Chemical Society**, v. 137, n. 25, p. 8010-8013, 2015.
29. GUAZZATO, M. et al. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. **Journal of Dentistry**, v. 33, n. 1, p. 9-18, 2005.
30. International Standards Organization: Implants for surgery -- Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP). 2008
31. JANDA, R. et al. A new adhesive technology for all-ceramics. **Dental Materials**, v. 19, n. 6, p. 567-573, 2003.
32. KASRAEI, S. et al. Bond strength of resin cement to CO₂ and Er: YAG laser-treated zirconia ceramic. **Restorative Dentistry & Endodontics**, v. 39, n. 4, p. 296-302, 2014.
33. KERN, M.; BARLOI, A.; YANG, B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. **Journal of Dental Research**, v. 88, n. 9, p. 817-822, 2009.
34. KERN, M.; WEGNER, S.M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dental Materials**, v. 14, n. 1, p. 64-71, 1998.
35. KIM, M. et al. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. **Journal of Dentistry**, v. 39, n. 11, p. 795-803, 2011.

36. LUGHI, V.; SERGO, V. Low temperature degradation-aging-of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. **Dental Materials**, v. 26, n. 8, p. 807-820, 2010.
37. MATINLINNA, J.P. et al. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. **Dental Materials**, v. 22, n. 9, p. 824-831, 2006.
38. MATTIELLO, R.D.L. et al. A review of surface treatment methods to improve the adhesive cementation of zirconia-based ceramics. **ISRN Biomaterials**, v. 2013, 2013.
39. MIYAZAKI, T. et al. Current status of zirconia restoration. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 57, n. 4, p. 236-261, 2013.
40. ÖZCAN, M; VOLPATO, C.A.M. Adhesion to Zirconium Dioxide Used for Dental Reconstructions: Surface Conditioning Concepts, Challenges, and Future Prospects. **Current Oral Health Reports**, v. 2, n. 4, p. 190-194, 2015.
41. ÖZCAN, M. Air abrasion of zirconia resin-bonded fixed dental prostheses prior to adhesive cementation: why and how. **J Adhes Dent**, v. 15, n. 4, p. 394, 2013.
42. ÖZCAN, M.; BERNASCONI, M. Adhesion to Zirconia Used for Dental Restorations: A Systematic Review and Meta-Analysis. **J Adhes Dent**, v. 17, p. 7-26, 2015.
43. ÖZCAN, M.; NIJHUIS, H.; VALANDRO, L.F. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. **Dental Materials Journal**, v. 27, n. 1, p. 99-104, 2008.
44. ÖZCAN, M.; VALLITTU, P.K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dental Materials**, v. 19, n. 8, p. 725-731, 2003.
45. PASSOS, S.P. et al. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. **Operative Dentistry**, v. 35, n. 6, p. 689-696, 2010.
46. PASSOS, S.P. et al. In Vitro Fracture Toughness of Commercial Y-TZP Ceramics: A Systematic Review. **Journal of Prosthodontics**, v. 24, n. 1, p. 1-11, 2015.

47. PIASCIK, J.R. et al. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. **Dental Materials**, v. 25, n. 9, p. 1116-1121, 2009.
48. PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, n. 1, p. 1-25, 1999.
49. REICH, S.; HORNBERGER, H. The effect of multicolored machinable ceramics on the esthetics of all-ceramic crowns. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 88, n. 1, p. 44-49, 2002.
50. SALEM, R. et al. Microtensile Bond Strength of Resin-bonded Hightranslucency Zirconia Using Different Surface Treatments. **The Journal of Adhesive Dentistry**, 2016.
51. SCIASCI, P. et al. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 113, n. 3, p. 212-219, 2015.
52. SENYILMAZ, D.P. et al. The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium-based ceramic. **Operative Dentistry**, v. 32, n. 6, p. 623-630, 2007.
53. SOARES, C.J. et al. Surface Treatment Protocols in the Cementation Process of Ceramic and Laboratory-Processed Composite Restorations: A Literature Review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 17, n. 4, p. 224-235, 2005.
54. SUBAŞI, M.G.; İNAN, Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. **Lasers in Medical Science**, v. 29, n. 1, p. 19-27, 2014.
55. THOMPSON, J.Y. et al. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now?. **Dental Materials**, v. 27, n. 1, p. 71-82, 2011.
56. TONG, H. et al. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area. **Ceramics International**, v. 42, n. 1, p. 1077-1085, 2016.
57. TSUO, Y.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. **Dental Materials Journal**, v. 25, n. 4, p. 669-674, 2006.
58. VAGKOPOULOU, T. et al. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. **The European Journal of Esthetic Dentistry: Official Journal of the European Academy of Esthetic Dentistry**, v. 4, n. 2, p. 130–151, 2009.

59. VALANDRO, L.F. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. **International Journal of Prosthodontics**, v. 20, n. 1, 2007.
60. VROCHARI, A.D. et al. Curing efficiency of four self-etching, self-adhesive resin cements. **Dental Materials**, v. 25, n. 9, p. 1104-1108, 2009.
61. XIBLE, A.A. et al. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 95, n. 3, p. 224-229, 2006.
62. ZHANG, F. et al. Highly-translucent, strong and aging-resistant 3Y-TZP ceramics for dental restoration by grain boundary segregation. **Acta Biomaterialia**, v. 16, p. 215-222, 2015.
63. ZHANG, Y. et al. Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. **Dental Materials**, v. 29, n. 12, p. 1201-1208, 2013.
64. ZHANG, Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. **Dental Materials**, v.30, n. 10, p. 1195-1203, 2014.

6. METODOLOGIA APLICADA

Este estudo é caracterizado como um estudo laboratorial *in vitro*.

4.1 Lista de materiais e equipamentos

Material/ Equipamento	Especificações	Fabricante/Local
Blocos de zircônia	Convencional HT	Upcera, Liaoning, China
Blocos de zircônia	Translúcida TT	Upcera, Liaoning, China
Blocos de resina composta	Opallis	FGM, Joinville, Brasil
Adesivo universal	Single Bond Universal	3M ESPE, EUA
Cimento resinoso dual autoadesivo	RelyX™ Ultimate	3M ESPE, EUA
Silicone de condensação	Perfil, consistência leve	COLTENE/Whaledent AG, Suíça
Cianoacrilato	Superbond	Loctite, Barueri, Brasil
Papel de lixa	Lixa de carvão de silício (P80, P150, P220, P280, P400)	3M ESPE, EUA
Rocatec	Partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica 50 µm	3M ESPE, EUA
Óxido de Alumínio	Partículas de óxido de alumínio 50 µm	Bioart, São Paulo, Brasil

Material/ Equipamento	Especificações	Fabricante/Local
Forno de sinterização	EDG 1700 sinter	EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brasil
Máquina de corte	Isomet	Buehler, An ITW Company, IL, EUA
Máquina Universal de ensaios	Instron 4444	Instron, Illinois Tool Works Inc., MA, EUA
Máquina de termociclagem	Ética Equipamento	Ética Equipamento Científicos S/A, São Paulo, Brasil
Microscópio eletrônico de varredura	HITACHI Tabletop Microscope TM3030	Hitachi, Ltd., Tokyo, Japão
Espectroscópio de raios X por dispersão	EDX, Swift 2000	Hitachi, Ltd., Tokyo, Japão
Fotopolimerizador	Optilight Max	Gnatus, São Paulo, Brasil

Tabela 1: Descrição dos materiais utilizados, especificações, fabricante e local.

4.2 Confeção dos corpos de prova

Blocos pré-sinterizados de zircônia branca convencional e translúcida (Upcera; Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd., Liaoning, China) foram usinados em uma fresadora (S1, vhf, Germany). Os blocos com dimensões de 11 x 11 x 14 mm foram divididos transversalmente de forma manual com disco diamantado perfurado serrilhado (7047; American Burrs, Santa

Catarina, Brazil) em peça de baixa rotação com o intuito de conformar blocos menores, os quais foram polidos com lixas de papel de carboneto de silício em granulação decrescente (80, 150, 220, 280 e 400), até chegar em uma dimensão de 11 x 11 x 1,8mm. Os blocos foram sinterizados no forno (1700 Sinter; EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brasil) a uma temperatura de 1480 °C durante duas horas. Após a sinterização, os blocos chegaram na dimensão final de 10 x 10 x 1,5 mm. Os blocos foram limpos em ultrassom com etanol durante 20 minutos e após, secos com ar. Com o intuito de simular a cimentação adesiva, blocos de resina composta (Opallis, FGM, Joinville, Brasil) foram fabricados com dimensões de 10 x 10 x 6mm. A resina composta foi condensada de maneira incremental em moldes de silicone e cada camada foi fotopolimerizada durante 40 segundos. Os blocos de resina composta foram polidos com lixas de papel de carboneto de silício com granulação de 400, e após, lavados em ultrassom com água destilada durante 20 minutos.



Figura 1: Bloco pré-sinterizado de zircônia com dimensões de 11 x 11 x 14 mm. Linhas foram desenhadas para guiar os cortes.

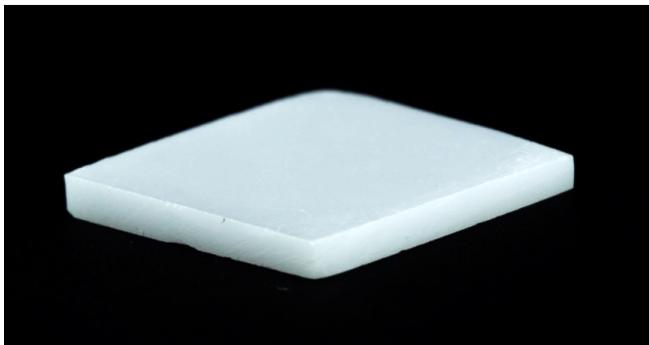


Figura 2: Bloco sinterizado com dimensão final de 10 x 10 x 1,5 mm.

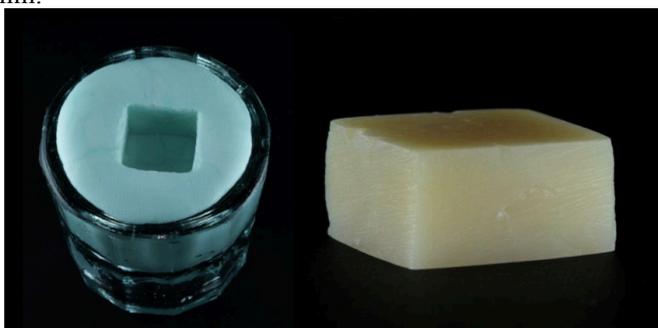


Figura 3: Molde de silicone para a confecção de blocos de resina composta. Bloco de resina composta com dimensões de 10 x 10 x 6mm.

4.3 Divisão dos grupos

Os blocos de zircônia convencional e translúcida foram divididos aleatoriamente e equitativamente nos seguintes grupos, de acordo com os tratamentos de superfície empregados:

1. **G1 e G4:** Blocos sinterizados, sem tratamento de superfície.
2. **G2 e G5:** Blocos submetidos ao jateamento. Partículas de óxido de alumínio (50 μ m) serão usadas com uma pressão de 2.5 bar, a 10mm de distância da superfície da zircônia, durante 20 segundos.

3. **G3 e G6:** Blocos submetidos ao tratamento triboquímico. Partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (50 μ m) serão jateadas na superfície da zircônia com uma pressão de 2.5 bar, durante 20 segundos, a uma distância de 10mm.

4.

Os corpos de prova foram divididos em grupos de acordo com a tabela abaixo:

Grupos	Tipo de tratamento
G1	Zircônia convencional: sem tratamento de superfície
G2	Zircônia convencional: jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μ m)
G3	Zircônia convencional: tratamento triboquímico com partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (50 μ m)
G4	Zircônia translúcida: sem tratamento de superfície
G5	Zircônia translúcida: jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μ m)
G6	Zircônia translúcida: tratamento triboquímico com partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (50 μ m)

Tabela 2: Divisão dos grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento.

Os tratamentos de superfície foram realizados igualmente nos dois lados dos blocos de zircônia, como um passo prévio à cimentação adesiva aos blocos de resina composta. Os blocos de

zircônia tratados mecanicamente foram limpos no ultrassom em uma solução de etanol por 20 minutos e após secos com jato de ar.

A cimentação foi efetuada usando um agente silano com conteúdo de MDP (Single Bond Universal; 3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha) e um cimento resinoso dual (RelyX Ultimate, 3M ESPE, Deutschland GmbH, Seefeld, Alemanha) de acordo com as instruções do fabricante. O cimento foi colocado nos dois lados dos blocos de zircônia e foram cimentados aos blocos de resina composta. Depois o conjunto foi mantido em um aparelho para conseguir uma pressão uniforme de 20N. O excesso de cimento foi removido com um pincel e cada lado foi fotopolimerizado por 40 segundos (Optilight Max; Gnatus Equipamentos Médico-Odontológicos, São Paulo, Brasil). Todos os espécimes foram armazenados em água destilada.



Figura 4: Conjunto conformado pelos blocos de resina composta e a zircônia no meio após fotopolimerização por 40 segundos.

Os blocos foram incluídos em godiva de baixa fusão e seccionados com a interface de cimentação posicionada perpendicularmente ao disco de diamante, usando uma máquina de corte em baixa velocidade (Isomet; Buehler, An ITW Company, IL, EUA) sob refrigeração com água. Feitos os primeiros cortes, os blocos foram rotados em 90° e polivinilsiloxano em consistência leve Perfil (COLTENE/Whaledent AG, Suíça) foi inserido entre os cortes para facilitar os cortes seguintes e assim obter barras com uma área de cimentação aproximada de 1mm².

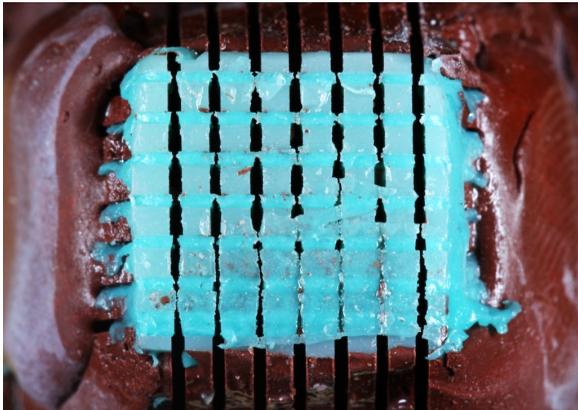


Figura 5: Blocos incluídos em godiva sendo seccionados com a máquina de corte em baixa velocidade. É apreciável a presença de polivinilsiloxano em consistência leve entre o espaço criado pelos primeiros cortes para facilitar os seguintes transversais.

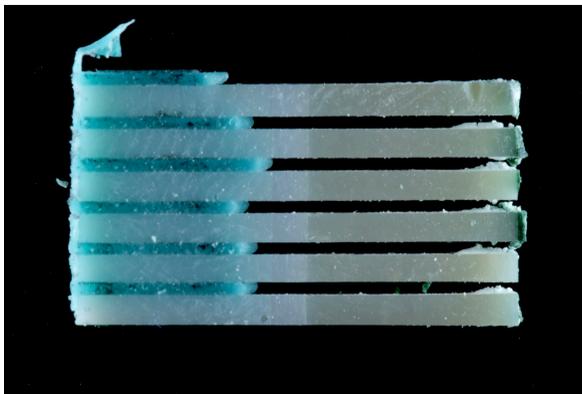


Figura 6: Barras com área de cimentação aproximada de 1mm^2 .

Metade das barras foram submetidas a termociclagem (banhos de 5 e 55°C , com 30 segundos de imersão até completar 10.000 ciclos).



Figura 7: Espécimes sendo termociclados em banhos de 5 e 55°C , com 30 segundos de imersão.

4.4 Ensaio de microtração

Após, cada barra foi aderida a um dispositivo Geraldeli, com cola de cianoacrilato (Almasuper; Almata Ind. e Com. Ltda., Curitiba, Brasil), para que as interfaces fiquem localizadas

igualmente no centro do aparelho. O teste de resistência adesiva foi realizado em uma máquina universal de ensaios (Instron 4444, Illinois Tool Works Inc., MA, EUA) com uma carga de tração paralela ao longo eixo dos espécimes até acontecer a fratura (velocidade de 1.0 mm/min).

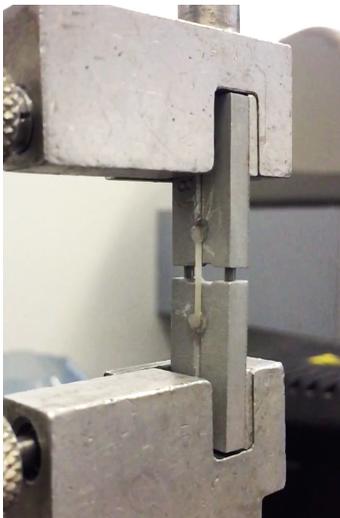


Figura 8: Barra posicionada no dispositivo de Gerardeli sendo testada na máquina universal de ensaios.

Os valores de resistência de união (Mpa) foram mensurados calculando a força aplicada no momento da falha (Newton) dividida pela área da secção transversal (em mm^2). As características das falhas foram examinadas por meio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (HITACHI Tabletop Microscope TM3030; Hitachi, Ltd., Tokyo, Japão), sendo estas adesivas (falha total ou parcial no adesivo ou descolamento do adesivo da superfície), coesiva (falha parcial ou total na superfície da zircônia ou na resina), ou mista (combinação de falha adesiva e coesiva). Também foi realizada uma avaliação quantitativa da área remanescente do adesivo usando o software de análise de imagens de fonte aberta ImageJ (Version 1.51m9; National Institutes of Health, MD, EUA).



Figura 9: Área transversal das barras sendo mensurada com paquímetro digital.

4.5 Análise Morfológica

A rugosidade da superfície dos blocos de zircônia foi obtida antes dos procedimentos de adesão para todos os grupos. O parâmetro de rugosidade da superfície (R_a) consiste no valor médio aritmético entre os valores de altura dos picos e dos vales no perfil de rugosidade efetiva das superfícies de zircônia. Os blocos ($n=6$) foram analisados nas seguintes condições: sem tratamento, jateamento com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ e tratamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 de $50\mu m$ recobertas com sílica. A avaliação da rugosidade da superfície foi conduzida usando um perfilômetro óptico (DektakXT, Bruker Corporation, Massachusetts, EUA) em seis áreas diferentes de cada bloco. O comprimento da medição foi de 2 mm e um corte de 0,25 mm durante 3 s.

Para caracterizar a superfície das barras quebradas, foi realizada uma análise química por meio de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) (Swift 2000, Hitachi, Japão).