

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DENTÍSTICA RESTAURADORA

VERIDIANA SILVA CAMPOS

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE CIMENTAÇÃO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM CERÂMICAS COM DIFERENTES COMPOSIÇÕES**

PONTA GROSSA
2018

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DENTÍSTICA RESTAURADORA

VERIDIANA SILVA CAMPOS

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE CIMENTAÇÃO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM CERÂMICAS COM DIFERENTES COMPOSIÇÕES**

Dissertação apresentada como pré-requisito para a obtenção do título de mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Mestrado do Programa de Pós-graduação *Stricto Sensu* em Odontologia– Área de Concentração Dentística Restauradora. Linha de Pesquisa: Propriedades Físico-Químicas e Biológicas dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Yasmine Mendes Pupo

PONTA GROSSA
2018

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

C198 Campos, Veridiana Silva
Influência de diferentes protocolos de cimentação na resistência de união em cerâmicas com diferentes composições/ Veridiana Silva Campos. Ponta Grossa, 2018.
67f.

Dissertação (Mestrado em Odontologia - Área de Concentração: Dentística Restauradora), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes.

Coorientadora: Prof^a Dr^a Yasmine Mendes Pupo.

1.Cerâmica. 2.Resistência de união. 3.Tratamento de superfície. I.Gomes, João Carlos. II. Pupo, Yasmine Mendes. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Mestrado em Odontologia. IV. T.


CDD: 617.6

VERIDIANA SILVA CAMPOS


Influência de diferentes protocolos de cimentação na resistência de união em cerâmicas com diferentes composições.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação Stricto sensu em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Dentística Restauradora, linha de pesquisa de Propriedades Físico-Químicas e Biológicas dos Materiais.

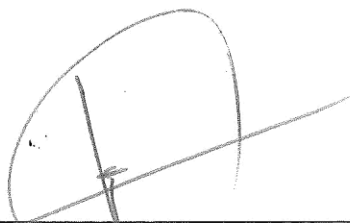
Ponta Grossa, 19 de fevereiro de 2018.



Prof. Dr. Rodrigo de Castro Albuquerque
UFMG



Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. João Carlos Gomes
Universidade Estadual de Ponta Grossa

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho aos meus pais, **Márcia e Pedro**, por sempre apoiarem os meus sonhos e me incentivarem a ser uma pessoa melhor a cada dia. Ao meu **pai**, que hoje guia meus passos “lá de cima”, é o meu anjo da guarda, e tenho a certeza de que está orgulhoso dessa minha conquista. À minha **mãe**, me faltam palavras para agradecer por tudo que ela faz por mim. Abriu mão dos seus sonhos para que eu pudesse estudar e realizar o meu, e continua me incentivando constantemente; não medindo esforços para que eu seja feliz. Minha gratidão é pouco, por isso dedico esse trabalho à ela! Eu amo muito vocês!

À minha irmã, **Juliana**, e meu sobrinho **Pedro Henrique**, por apoiarem as minhas escolhas e entenderem a minha ausência em muitos momentos. Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

A **Deus e Nossa Senhora Aparecida**, por guiarem meus passos e me darem forças em todos os momentos. Confio e sou grata por todas as oportunidades e pessoas que colocaram no meu caminho, e tenho certeza de que hoje estou aqui porque essa força divina intercedeu em muitos momentos de minha vida.

À **minha família**, por terem me dado todo respaldo necessário para que eu pudesse estudar e conquistar os meus sonhos. Agradeço por confiarem em mim, vocês são muito importantes em minha vida!

Ao meu orientador **Prof. Dr. João Carlos Gomes**, por ter me acolhido desde o dia em que cheguei em Ponta Grossa, ainda na graduação, por todo o tempo que dedicou à mim e aos meus trabalhos, por ter sido tão compreensivo e preocupado nesses anos todos. Serei eternamente grata pela confiança depositada em mim para ser sua orientada de iniciação científica, e seguir na área acadêmica agora como mestranda. Obrigada por tantos ensinamentos transmitidos, e obrigada por tantas oportunidades que me deu ao longo desses anos.

À **Profª Drª Fabiana Siqueira e ao Prof. Dr. Andrés Millan Cardenas**, por terem sido co-orientadores indiretos do trabalho, terem me ensinado o passo-a-passo da execução em laboratório até a escrita final. Serei eternamente grata por ter vocês em minha vida. Obrigada por me incentivarem a fazer o mestrado, por todo o conhecimento que me transmitem e por confiarem em mim para trabalhar com vocês. São grandes amigos que levo pra vida e grandes exemplos a serem seguidos!

À **Profª. Drª Osnara Maria Mongruel Gomes**, pela orientação e ensinamentos compartilhados durante os meus trabalhos.

À **Profª. Drª Giovana Mongruel Gomes**, por toda a paciência, dedicação e disposição para me ensinar estatística e corrigir o meu trabalho. Sou grata por todos os ensinamentos na dentística, e por toda ajuda nos meus trabalhos.

À minha co-orientadora **Profª Drª Yasmine Mendes Pupo**, por me conceder um projeto e confiar em mim para executá-lo. Agradeço por toda a sua disponibilidade nesses dois anos de pesquisa, pelo seu apoio e todos os ensinamentos compartilhados. Obrigada!

Ao **Programa de Pós Graduação Stricto Sensu em Odontologia e à Universidade Estadual de Ponta Grossa**, por nos darem condições de estudar numa Universidade conceituada e respeitada em todo o mundo. Me orgulho muito de participar do melhor programa de pós-graduação do Paraná.

Ao **Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio e à Profª. Drª Denise Stedler Wambier**, por toda a dedicação ao programa de pós-graduação.

À **Bianca Linhares**, secretária da pós-graduação, por ser uma amiga de todos os dias e estar sempre disposta a nos ajudar. Obrigada por tudo Bi! E à todos os **funcionários do C-labmu**, pela disponibilidade em nos ajudar nos trabalhos.

Aos **meus amigos de Santo Antônio da Platina**, agradeço por me incentivarem sempre e por compreenderem minha ausência em muitos momentos. Sou feliz demais por tê-los em minha vida, e agradeço pela nossa amizade de tantos anos. Em especial as minhas amigas **Re Cintra, Cecília, Isabela, Elis e Alexandra**, vocês são meu porto seguro!

Aos **amigos** que fiz **em Ponta Grossa**, em especial à **May Gevert, Mari Rosa, Rondonia, Rayssa e Vitor Gorte**, que acompanharam esses dois anos de mestrado, são a minha família longe de casa e minha força para superar os dias difíceis. Obrigada pela companhia diária e por compartilharem tantos momentos (bons ou ruins) comigo. Vocês são importantes demais nessa caminhada!

Aos **meus colegas de pós-graduação**, que compartilharam horas de laboratório, aulas e pesquisa nos finais de semana. Tenho certeza que juntos somos mais fortes, e os dias de trabalho são mais leves com vocês! Em especial à **Bruna Hilgemberg**, por trabalhar junto comigo em muitos momentos, compartilhar as dúvidas, correções e aflições ao longo do trabalho. Obrigada por tudo, Bru!

Ao amigo **Júlio César Chidoski** e à amiga **Adriely Burey**, por terem disponibilizado o seu tempo e paciência para ajudar nas fotos do trabalho. Vocês são muito bons no que fazem, e agradeço pelas lindas imagens!

À **todos os professores do programa de pós-graduação**, por todos os ensinamentos e experiências compartilhadas! Vocês são grandes exemplos a serem seguidos.

Ao **Prof. Dr. Albano Luis Novaes Bueno**, por ter cedido os blocos de zircônia para a realização do projeto.

Ao laboratório de prótese **Rogalla**, na pessoa de **Celso Rogalla**, por ter permitido o uso do seu laboratório e do equipamento para jatear as peças de zircônia. Obrigada Celso, por ter sido sempre muito receptivo!

À **CAPES**, pela concessão da bolsa de estudo durante o meu curso de mestrado.

DADOS CURRICULARES

Veridiana Silva Campos

NASCIMENTO	11.02.1993 Santo Antônio da Platina – Paraná, Brasil
FILIAÇÃO	Pedro César de Campos Márcia Cristina da Silva
2011-2015	Curso de Graduação em Odontologia pela Universidade Estadual de Ponta Grossa- UEPG. Ponta Grossa, Paraná - Brasil
2016-2018	Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG, nível Mestrado em Odontologia – Área de Concentração Dentística Restauradora.

RESUMO

CAMPOS VS. Influência de diferentes protocolos de cimentação na resistência de união em cerâmicas com diferentes composições. [Dissertação – Mestrado em Dentística Restauradora]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2018.

O objetivo desse trabalho *in vitro* foi avaliar a resistência de união ao microcisalhamento (μ SBS) de cerâmicas com diferentes graus de translucidez e agentes de cimentação, no tempo imediato e após simulação de 1 ano de envelhecimento em termociclagem, assim como avaliar a composição elementar por espectrometria de energia dispersiva (EDS). Foram selecionadas 4 cerâmicas: Dissilicato de lítio (DL), Prettau Anterior (PA), Prettau (PR) e ICE (IC). Os espécimes cerâmicos foram distribuídos em 16 grupos experimentais ($n=5$) a depender da combinação de variáveis: cerâmica vs tratamento de superfície (silano- SL ou silano+adesivo- AS) vs tempo de armazenamento (imediato e longevidade) vs cimento resinoso (Variolink II ou Variolink Veneer). As cerâmicas de zircônia foram submetidas ao jateamento com óxido de alumínio e a cerâmica de dissilicato de lítio foi condicionada com ácido fluorídrico à 5% por 20s. Realizado o tratamento de superfície de acordo com cada grupo experimental, tubos de tygon foram posicionados na superfície da cerâmica e preenchidos com cimento resinoso. Após 24 horas em estufa à 37°C e após 10.000 ciclos térmicos, os espécimes foram submetidos ao teste de microcisalhamento, numa velocidade de 1mm/min até a falha. As falhas foram observadas em microscópio óptico num aumento de 100x, e avaliadas em microscopia eletrônica de varredura (FEG) com uma magnificação de 150x. Adicionalmente, as cerâmicas foram submetidas ao teste de espectrometria de energia dispersiva (EDS) para avaliação da sua composição elementar. Para fins estatísticos, optou-se por dividir os resultados em duas condições experimentais: uma para o cimento Variolink II e outra para o Veneer. Portanto, para cada cimento os dados da μ SBS foram submetidos ao teste de μ SBS (ANOVA 3-fatores e Tukey, $\alpha = 0,05$). Para o cimento Variolink II, não foi encontrada interação tripla significativa ($p>0,05$). A interação dupla tratamento vs tempo ($p<0,001$) foi significativa, sendo os valores de μ SBS imediato estatisticamente superiores à longevidade. Já a interação dupla tratamento vs cerâmica, foi estatisticamente significativa ($p=0,039$), sendo que as cerâmicas à base de zircônia tiveram maiores valores de resistência de união, independente do tratamento de superfície. E a interação dupla tempo vs cerâmica ($p<0,001$) mostrou uma diminuição da μ SBS de todas as cerâmicas após a termociclagem. O cimento Variolink Veneer mostrou uma interação tripla significativa ($p<0,001$) para todos os grupos. Independente do tratamento de superfície e da cerâmica, estatisticamente os maiores valores de resistência de união foram encontrados no tempo imediato, e as cerâmicas à base de zircônia apresentaram valores estatisticamente superiores ao dissilicato de lítio. Pode-se concluir que as cerâmicas de zircônia são mais resistentes ao microcisalhamento, no tempo imediato e após termociclagem; e que a associação AS interfere positivamente nos resultados à longo prazo.

Palavras-chave: Cerâmica; Resistência de união; Tratamento de superfície.

ABSTRACT

CAMPOS VS. Influence of different cementation protocols on bond strength in ceramics with different compositions. [Dissertation – Master`s Degree in Dentistry – Concentration Area: Restorative Dentistry Ponta Grossa: State University of Ponta Grossa, 2018.

The objective of this in vitro work was to evaluate a micro-shear strength (μ SBS) of ceramics with different degrees of translucency and cementing agents, on immediate time and after simulation of 1 year of aging in thermocycling, as well as to evaluate the elemental composition do to the dispersive energy spectrometry (EDS) test. Four ceramics were selected: Lithium Dissilicate (DL), Prettau Anterior (PA), Prettau (PR) and ICE (CI). The ceramic specimens were distributed in 16 experimental groups (n = 5) depending on the combination of variables: ceramic vs. surface treatment (silane-SL or silane + adhesive-AS) vs. storage time (immediate and longevity) vs. resin cement Brochure Variolink II or Variolink). The zirconia ceramics were subjected to blasting with aluminum oxide and the lithium disilicate ceramic with fluoridric acid 5% per 20s. After the surface treatment according to each experimental group, tygon tubes were placed on the ceramic surface and filled with resin cement. After 24 hours in an oven at 37°C and after 10.000 thermal cycles, the specimens were submitted to the micro-shear test at a speed of 1mm / min until failure. Failures were observed in optical microscope in an increase of 100x, and evaluated in Scanning Electron Microscopy (FEG) with a magnification of 150x. Additionally, ceramics were submitted to the dispersive energy spectrometry (EDS) test to evaluate their elemental composition. For statistical purposes, it was chosen to divide the results into two experimental conditions:: one for Variolink II cement and another for Veneer. Thus, for each cement the μ SBS data were subjected to the μ SBS test (ANOVA 3-factor and Tukey, $\alpha = 0.05$). For Variolink II cement, no significant triple interaction was found ($p > 0.05$). The double treatment vs time interaction ($p < 0.001$) was significant, with immediate μ SBS statistically higher values to distance. On the other hand, the double treatment versus ceramic interaction was statistically significant ($p = 0.039$), and the ceramics based on zirconia had higher values of bond strength, regardless of surface treatment. And the double time vs. ceramic interaction ($p < 0.001$) showed a decrease of μ SBS for all ceramics after the thermocycling. Variolink Veneer cement showed a significant triple interaction ($p < 0.001$) for all groups. Regardless the surface treatment and ceramics, statistically, the highest values of resistance were found in the immediate time, and ceramics based on zirconia presented statistically higher values than lithium disilicate. It can be concluded that zirconia ceramics are more resistant to micro-shearing, on immediate time and after thermocycling; and that the AS association interferes positively with long-term results.

Keywords: Ceramics; Microtensile bond strength; Surface Treatment.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.	Desenho experimental dos grupos com o cimento Variolink II.....	30
Figura 2.	Desenho experimental dos grupos com o cimento Variolink Veneer.....	31
Figura 3.	Condicionamento das superfícies cerâmicas. Em A jateamento com óxido de alumínio na peça de zircônia, e em B condicionamento com ácido fluorídrico à 5% da peça de dissilicato de lítio.....	32
Figura 4.	Aplicação do agente de acoplamento silano em todas as superfícies cerâmicas (A); em B aplicação do adesivo nos grupos estabelecidos.....	33
Figura 5.	Inserção do cimento resinoso nos <i>tygons</i> (A); fotoativação dos cimentos (B) e remoção dos <i>tygons</i> para armazenamento em estufa (C).....	35
Figura 6.	Vista lateral dos cilindros de cimento resinoso posicionados na máquina de ensaios universal (KRATOS) (A); vista frontal dos cilindros de cimento circundados pelo fio ortodôntico (B).....	36
Figura 7.	Imagens de FEG dos padrões de fratura de cada cerâmica: DL- dissilicato de lítio, PA- Prettau Anterior, PR- Prettau e IC- ICE, nos tempos imediato (IM) e longitudinal (LG).....	47
Figura 8.	Imagem da superfície do dissilicato de lítio no aumento de 1500x.....	48
Figura 9.	Imagem da superfície da cerâmica Prettau Anterior no aumento de 1500x.....	50
Figura 10.	Imagem da superfície da cerâmica Prettau no aumento de 1500x.....	51
Figura 11.	Imagem da superfície da cerâmica ICE no aumento de 1500x.....	52
Gráfico 1.	Espectro da soma de todos os componentes da cerâmica de dissilicato de lítio.....	48
Gráfico 2.	Espectro da soma de todos os componentes da zircônia Prettau Anterior.....	49

Gráfico 3.	Espectro da soma de todos os componentes da zircônia Prettau.....	51
Gráfico 4.	Espectro da soma de todos os componentes da zircônia ICE.....	52
Quadro 1.	Descrição dos materiais, fabricante e composição.....	33

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais (*) para a variável tratamento vs tempo com o cimento Variolink II.....	39
Tabela 2.	Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais (*) para a variável tratamento vs cerâmica com o cimento Variolink II.....	40
Tabela 3.	Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais (*) para a variável tempo vs cerâmica com o cimento Variolink II.....	41
Tabela 4.	Porcentagens (%) dos padrões de fratura encontrados para cada grupo do cimento Variolink II (*).....	42
Tabela 5.	Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais (*) para as variáveis tratamento vs tempo vs cerâmica para o cimento Variolink Veneer.....	44
Tabela 6.	Porcentagens (%) dos padrões de fratura encontrados para cada grupo do cimento Variolink Veneer (*).....	45
Tabela 7.	Porcentagem (%) elementar da cerâmica de dissilicato de lítio.....	49
Tabela 8.	Porcentagem (%) elementar da cerâmica Prettau Anterior.....	50
Tabela 9.	Porcentagem (%) elementar da cerâmica Prettau.....	51
Tabela 10.	Porcentagem (%) elementar da cerâmica ICE.....	52

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Falha Adesiva
Al	Alumínio
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
ANOVA	Análise de variância
Bis-GMA	Bisfenol A glicidil metacrilato
Ca	Cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Ccer	Falha coesiva em cerâmica
Ccim	Falha coesiva em cimento
Cm	Centímetros
Cp	Corpo de prova
DL	Dissilicato de lítio
Fe	Ferro
FeO	Óxido de Ferro
FEG-SEM	Microscopia Eletrônica de Varredura de baixo vácuo
H	Hora
IC	ICE
K	Potássio
K ₂ O	Óxido de potássio
M	Falha mista
MDP	10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate
Min	Minutos
ml	Mililitros
Mm	Milímetro
mm/min	Milímetros por minuto
mm ²	Milímetros quadrados
MPa	Megapascal
mW	Miliwatts
N	Número amostral
N	Newton
Na	Sódio
Na ₂ O	Óxido de sódio
Nm	Nanômetro
O	Oxigênio
P	Valor de significância
PA	Zircônia Prettau Anterior
pH	Potencial de hidrogênio iônico
PR	Zircônia Prettau
PVC	Policloreto de vinila
Rpm	Rotações por minuto
S	Segundos
Si	Silício
SiO ₂	Óxido de silício
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
µm	Micrômetro
µSBS	Resistência de união ao microcisalhamento
Vs	Versus

Y	Ítrio
Y ₂ O ₃	Óxido de ítrio
Zn	Zinco
ZnO	Óxido de zinco
Zr	Zircônia
ZrO ₂	Óxido de zircônia

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Grau Celsius
=	Igual
>	Maior
<	Menor
™	Marca Registrada
n ^o	Número
%	Porcentagem
®	Registrado
±	Mais ou menos
α	Grau de significância

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	16
2.	REVISÃO DE LITERATURA.....	19
2.1	Dissilicato de lítio.....	19
2.2	Zircônia.....	21
2.3	Tratamento de superfície.....	22
2.3.1	Dissilicato de lítio.....	23
2.3.2	Zircônia.....	24
2.3.3	Adesão.....	26
3.	PROPOSIÇÃO.....	29
3.1	Proposição geral.....	29
3.2	Proposição específica.....	29
4.	MATERIAL E MÉTODOS.....	30
4.1	Preparo das amostras.....	30
4.2	Desenho experimental.....	30
4.3	Procedimentos adesivos.....	33
4.4	Preparo dos espécimes para microcisalhamento.....	35
4.5	Resistência de união ao microcisalhamento.....	36
4.5.1	Padrão de fratura por microscopia eletrônica de varredura (FEG-SEM).....	37
4.6	Espectrometria de energia dispersiva (EDS).....	37
4.7	Envelhecimento por ciclagem térmica.....	38
4.8	Análise Estatística.....	38
5.	RESULTADOS.....	39
5.1	Valores de resistência de união.....	39
5.1.1	Padrão de fratura por microscopia eletrônica de varredura (FEG)..	47
5.2	Espectrometria de energia dispersiva (EDS).....	49
6.	DISCUSSÃO.....	54
7.	CONCLUSÃO.....	59
8.	REFERÊNCIAS.....	60

1. INTRODUÇÃO

A crescente demanda por procedimentos estéticos e a melhoria dos procedimentos adesivos na Odontologia (Torres et al.¹ 2009), fizeram com que as cerâmicas odontológicas ocupassem um lugar de destaque nas pesquisas dos últimos anos. Restaurações cerâmicas têm se tornado uma escolha cada vez mais popular devido à sua aparência natural e muito semelhante à estrutura dentária (Bitter et al.² 2006; Kelly, Denry³ 2008). Além disso, as cerâmicas possuem algumas características favoráveis como biocompatibilidade, estabilidade química, coeficiente de expansão térmica semelhante ao dente (Blatz, Sadan, Kern⁴ 2003; Fradeani et al.⁵ 2005), além de estética e compatibilidade com outros materiais para a confecção de próteses (Della Bona, Kelly⁶ 2008).

Muitos sistemas cerâmicos foram desenvolvidos, entre eles destaca-se os de dissilicato de lítio, devido as suas propriedades mecânicas favoráveis, resultam em altas taxas de sucesso quando usadas em restaurações indiretas (Harada et al.⁷ 2016). O dissilicato de lítio é uma cerâmica composta de uma fase vítrea e pelo menos uma fase cristalina (Matinlinna, Vallittu⁸ 2007). Devido à sua variedade nos níveis de translucidez, tem sido amplamente utilizado para coroas cerâmicas monolíticas estéticas (Pieger, Salman, Bidra⁹ 2014; Guess et al.¹⁰ 2010; Schultheis et al.¹¹ 2013), laminados, onlays, coroas totais e próteses fixa de até três elementos na região posterior (Pekkan; Hekimoglu¹² 2009; Fabianelli et al.¹³ 2010).

Apesar da excelência nas propriedades estéticas e mecânicas das restaurações em dissilicato de lítio serem bem estabelecidas, a constante evolução científica resultou na descoberta no âmbito da Odontologia de um outro material cerâmico com propriedades mecânicas melhoradas (Christel et al.¹⁴ 1989; Della Bona, Kelly⁶ 2008), e que pode resistir com mais eficácia tanto à tração quanto à compressão e ao estresse (Matsuzaki et al.¹⁵ 2015), que são as cerâmicas a base de zircônia. Essa cerâmica possui uma estrutura cristalina organizada em três padrões diferentes: monoclinica (M), cúbica (C) e tetragonal (T), e sua estabilidade molecular pode ser obtida quando esse composto se mistura com outros óxidos metálicos como magnésio (MgO), cálcio (CaO) e ítrio (Y₂O₃) (Picconi, Maccauro¹⁶ 1999; Manicone, Rossi Iommetti, Rafaelli¹⁷ 2007). O interesse no mundo odontológico foi despertado devido a ser um biomaterial com boa estabilidade

química e dimensional e por apresentar um módulo de elasticidade similar ao do aço inoxidável (Picconi, Maccauro¹⁶ 1999).

Recentemente, cerâmicas à base de zircônia com alta translucidez foram desenvolvidas para uso clínico, especialmente com o intuito de superar as limitações estéticas das zircônias convencionais que apresentam alto grau de opacidade dificultando a utilização em áreas estéticas (Denry, Kelly¹⁸ 2008). Essas cerâmicas com alto conteúdo cristalino são estabilizadas por ítrio e enriquecidas com alumínio, e isso permite que a zircônia se mantenha estável na fase tetragonal. São compostas por uma microestrutura de grãos que variam entre 0,2 a 0,5 μm , e essa característica é importante para melhorar a translucidez das novas cerâmicas de zircônia (Chevalier et al.¹⁹ 2009; Borba et al.²⁰ 2011). Estas não apresentam acinzentamento na região cervical, proporcionando um aspecto mais natural (Raptis, Michalakis, Hirayama²¹ 2006). Além disso, o advento da tecnologia CAD/CAM tem facilitado a confecção de coroas totais, bem como a transformação de coroas de zircônia monolíticas em próteses dentárias fixas (Kern, Swift²² 2011).

Sabe-se que essas cerâmicas são resistentes ao condicionamento ácido, devido à redução do seu conteúdo vítreo (Guazzato et al.²³ 2004a; Della Bona et al.²⁴ 2007a). Além disso, para que haja uma adesão adequada entre cerâmica e estrutura dental, é necessário que exista alteração da superfície, produzindo uma rugosidade suficiente para alcançar uma união duradoura (Della Bona, Anusavice²⁵ 2002). O jateamento da superfície com partículas de alumínio associado a silanização e aplicação do sistema adesivo contendo MDP são os tratamentos mais utilizados para a adesividade da zircônia (Kern, Wergner²⁶ 1998; Valandro et al.²⁷ 2006; Della Bona et al.²⁸ 2007b; Thompson et al.²⁹ 2011). Logo, o desempenho clínico das restaurações cerâmicas está completamente associado ao processo de adesão/cimentação (Cavalcanti et al.³⁰ 2009; Aboushelib et al.³¹ 2009).

Um dos critérios a serem considerados na instituição de um material adequado para garantir a longevidade adesiva do produto, no caso das cerâmicas, é a formação de uma ligação hidroliticamente estável entre os tecidos dentais e a restauração (Thompson et al.³² 2015). O silano é um agente hidrofóbico, e essa característica pode reduzir a degradação hidrolítica da ligação química com o cimento, além de melhorar o molhamento da superfície cerâmica pelo adesivo (Della

Bona, Shen, Anusavice³³ 2004). O sistema adesivo, quando em contato com a cerâmica, age sobre os óxidos metálicos, promovendo uma união química entre o cimento resinoso e a zircônia (Kern, Wegner²⁶ 1998; Yoshida, Tsuo, Atsuta³⁴ 2006).

No entanto, qualquer fator externo que comprometa a estabilidade da zircônia tetragonal pode influenciar diretamente no processo dessas ligações químicas e consequentemente no processo de degradação da cerâmica (Kelly, Denry³ 2008; Chevalier et al.¹⁹ 2009). O envelhecimento da zircônia, submetida a condições variáveis de temperatura e umidade, pode ter efeitos negativos nas suas propriedades mecânicas (Manicone, Rossi Iommetti, Raffelli¹⁷ 2007). Por essa razão, são necessários mais estudos que avaliem o efeito longitudinal nessas propriedades.

Desta forma, o objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência de união ao microcisalhamento de zircônias com diferentes graus de translucidez e diferentes agentes cimentantes, imediatamente e após um ano de envelhecimento em ciclagem térmica, assim como avaliar a composição elementar por meio do teste de espectrometria de energia dispersiva (EDS). As hipóteses nulas testadas foram: (1) que os diferentes protocolos de adesão seriam igualmente resistentes para todas as cerâmicas; (2) o envelhecimento por termociclagem não influenciaria na força de ligação.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Dissilicato de lítio

Em meados da década de 90, a empresa Ivoclar Vivadent introduziu na comunidade odontológica uma cerâmica feldspática reforçada por leucita, que tinha valores de resistência entre 95 a 180 MPa, chamada IPS Empress (Cattel et al.³⁵ 1999). Essa cerâmica serviu como base para outras pesquisas que culminaram no lançamento do IPS Empress 2, em 1998, também pela Ivoclar Vivadent. Esse sistema consiste numa cerâmica de dissilicato de lítio reforçada por leucita, com valores de resistência entre 300 e 400 MPa (Höland et al.³⁶ 2000).

Sabe-se que a falha clínica das restaurações cerâmicas é frequentemente associada à sua baixa resistência e fragilidade, e esses resultados podem ser afetados por vários fatores como a distribuição das falhas e a metodologia dos testes (Guazzato et al.²³ 2004a). Em 1990, Evans³⁷ relatou que a maior confiabilidade na qualidade de um material poderia ser conseguida aumentando a sua resistência à fratura, e Guazzato et al.³⁸ em 2004b concluíram em seu estudo que o aumento do conteúdo cristalino, a porosidade, o tamanho, forma e orientação das partículas são importantes para determinar a melhoria das propriedades mecânicas.

Com propriedades físicas e, principalmente, ópticas (translucidez) melhoradas, em 2005 foi introduzida uma cerâmica de dissilicato de lítio injetada pela Ivoclar Vivadent - IPS e.max Press (Della Bona, Kelly⁶ 2008; Jiang et al.³⁹ 2010). Albakry, Guazzato e Swain⁴⁰ em 2003 avaliaram a resistência à flexão (biaxial), o módulo de elasticidade e as fases cristalinas dessa nova cerâmica, e constataram que IPS e.max Press possui módulo de elasticidade semelhante ao sistema IPS Empress 2, mas com uma pequena vantagem pela quantidade de fase cristalina na sua composição. Com relação à resistência a flexão, IPS Empress 2 apresentou resultado de aproximadamente 400 MPa, enquanto IPS e.max Press teve cerca de 450 MPa, caracterizando o resultado da melhoria nas suas propriedades mecânicas.

Won Choi et al.⁴¹ em 2017, confeccionaram 5 unidades de próteses fixas para cada grupo experimental, sendo eles: dissilicato de lítio, dissilicato reforçado por

zircônia e zircônia monolítica. As peças foram condicionadas conforme recomendação do fabricante, foi colocado um cimento resinoso e, em seguida, realizado teste de força mecânica usando um simulador de mastigação e padrão de fratura numa máquina de ensaios universal. Apenas o grupo de dissilicato apresentou um padrão de fratura predominantemente adesiva, no entanto, a resistência à fratura foi maior para os grupos envolvendo zircônia (4943.87 ± 1243.70 N) do que para o dissilicato de lítio ($2872,61 \pm 658,78$ N).

Edelhoff, Sorensen⁴² em 2002, determinaram a taxa de transmissão de luz através do dissilicato de lítio. Foram criados discos de cerâmica e sobre eles, aplicado um material de cimentação; utilizando um espectrofotômetro, foi possível observar que a cerâmica tem uma boa translucidez e, quando cimentado com Variolink II (cimento dual) teve uma maior transmissão da luz (400nm), enquanto cerâmicas como In-Ceram Alumina, In-Ceram Spinell, IPS Empress 2 e Lava apresentaram coeficiente de transmissão abaixo de 100nm. Baldissara et al.⁴³ em 2010 também avaliaram a translucidez de blocos de zircônia e dissilicato de lítio, medida através de uma transmissão direta da luz com um fotoradiômetro digital montado em uma câmara escura. Constataram que a translucência das peças de zircônia são significativamente menores (abaixo de 10%) do que a de dissilicato, sendo a cerâmica IPS e.max Press a que apresentou maiores valores de transmissão (17%).

Um estudo de Palla et al.⁴⁴ em 2017, investigaram a estabilidade de cor de cerâmicas de dissilicato de lítio após uma ciclagem térmica, e após a imersão em bebidas comumente consumidas, como café, vinho tinto e chá preto. Foram avaliados 72 espécimes de IPS e.max Press, numa simulação clínica de 3 anos através de 21.900 ciclos térmicos e imersos nas soluções corantes por até 54 horas. Os resultados foram obtidos através de um espectrofotômetro, e a diferença de cor foi calculada utilizando uma equação própria $[\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}]$. Ao final concluíram que todos os grupos apresentaram alteração de cor, inclusive IPS e.max Press, porém foram alterações abaixo do nível de percepção clínica ($\Delta E < 3,7$).

2.2 Zircônia

A zircônia é um material conhecido desde a antiguidade, mas só foi utilizada como biomaterial no final da década de sessenta. A sua aplicação na odontologia partiu do interesse em algumas de suas propriedades, como boa estabilidade química e dimensional, dureza e resistência mecânica na mesma magnitude do aço inoxidável (Piconi, Maccauro¹⁶ 1999). Por possuir uma alta resistência, esses materiais podem ser aplicados como suporte para ortodontia, subestrutura para próteses fixas, próteses puras de um ou mais elementos e próteses sobre implante (Wolfart et al.⁴⁵ 2007; Ozcan, Kerckdijk e Valandro⁴⁶ 2008).

Uma das principais diferenças entre os materiais de zircônia e outras cerâmicas é o seu mecanismo distinto de endurecimento, que é induzido pela tensão. Isso significa que o material sofre alterações microestruturais quando submetido ao estresse (Guazzato et al.³⁸ 2004b; Cavalcanti et al.³⁰ 2009). Dependendo da temperatura e da pressão que a zircônia for submetida, isso determinará a sua forma. Na temperatura ambiente a zircônia pura é monoclinica (M), e esta fase é estável até 1170°C; acima desse valor, ela se transforma em tetragonal (T) e posteriormente em fase cúbica (C) a 2370°C. A associação da zircônia com alguns componentes estabilizadores como o cálcio (CaO), magnésio (MgO), ítrio (Y₂O₃) ou céria (CeO₂) permite que não haja tanta variação das suas fases. A zircônia tetragonal é estável em temperatura ambiente, porém pode sofrer um mecanismo conhecido como “tenacificação por transformação”, em que, sob determinada tensão, a zircônia tetragonal pode alterar para fase monoclinica, e esse mecanismo é o principal responsável pelas propriedades mecânicas superiores da zircônia e diminuição do desgaste de suas peças (Piconi, Maccauro¹⁶ 1999; Denry, Kelly¹⁸ 2008).

A forma da zircônia estabilizada mais utilizada e descrita na literatura é o Y-TZP (zircônia tetragonal estabilizada por ítrio). Esses materiais possuem resistência à flexão e à fratura consideravelmente maiores do que de outras cerâmicas (Guazzato et al.³⁸ 2004b), podendo atingir cerca de 700 a 1200 MPa de resistência à flexão (Papanagiotou et al.⁴⁷ 2006) e resistência à fratura superior a 2000N (Tinschert et al.⁴⁸ 2001). O que determina o aumento dessas propriedades mecânicas é o fato de que, quando o material é submetido à tensões (exemplo:

forças oclusais), ocorre uma transformação da fase tetragonal para monoclinica, e isso ocasiona um aumento nos grãos (diâmetro de 0,2-0,5 μm) que impede a propagação das trincas e fratura do material (Kelly, Denry³ 2008). Portanto, fatores como a quantidade de estabilizadores, o tamanho dos grãos e a presença de tensões são importantes para determinar a estabilidade da zircônia, e o seu processo de degradação (Hannink, Kelly, Muddle⁴⁹ 2000; Denry, Kelly¹⁸ 2008).

O estudo de Cattani-Lorente et al.⁵⁰, em 2011, avaliou *in vitro* os efeitos da degradação hidrotermal em uma cerâmica Y-TZP, as características da superfície e as propriedades mecânicas antes e depois do envelhecimento. Concluiu-se que a cerâmica foi suscetível à degradação quando exposta a um vapor de água de 140°C, reduzindo até 30% o módulo de Young e a dureza, e associaram isso ao surgimento da fase monoclinica. Flinn⁵¹ e colaboradores em 2017 também avaliaram a degradação a baixas temperaturas (LTD) de 4 cerâmicas Y-TZP (Katana ML, Katana HT13, Prettau e BruxZir). Após o envelhecimento, foi constatado um aumento da fase monoclinica, e isso resultou em degradação de todos os espécimes. Houve uma diminuição significativa da força flexural de Prettau ($p < 0,001$); $1248 \pm 73,5$ MPa e BruxZir ($p < 0,001$); $1052 \pm 84,2$, enquanto que Katana ML e Katana HT13 exibiram menor degradação.

Outros testes *in vitro* são importantes para determinar as características de um material, com isso Otani et al.⁵² em 2015 avaliaram em seu estudo a influência da área de interface adesiva na força de ligação entre a cerâmica Y-TZP e o cimento resinoso, utilizando 3 testes distintos (microtração, microcisalhamento e *push-out*). Concluíram que quanto maior a área de ligação, menor a resistência de união à tração e ao cisalhamento, enquanto que o teste de *push-out* encontrou o contrário.

2.3 Tratamento de superfície

A adesão de um material cerâmico é um dos fatores chave para avaliação de sua resistência (Kelly, Benetti⁵³ 2011), e existem dois mecanismos envolvidos na adesão da cerâmica, sendo um deles o preparo mecânico, e outro a ligação química. Para que haja uma boa ligação química, é importante determinar o tratamento de superfície mais adequado para cada cerâmica, e no intuito de melhorar à ligação entre os cimentos e as cerâmicas, principalmente quando se tem uma pequena área de retenção, que é o caso dos preparos conservadores para finas espessuras de

cerâmica, diferentes tratamentos de superfície estão sendo introduzidos. No entanto, os mais utilizados são: condicionamento com ácido fluorídrico, jateamento com óxido de alumínio, jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica e jateamento com partículas diamantadas (Blatz, Sadan, Kern⁴ 2003).

2.3.1. Dissilicato de lítio

Para o condicionamento das peças de dissilicato de lítio, é necessário realizar um ataque com ácido fluorídrico (Guarda et al.⁵⁴ 2013). O ácido age removendo a matriz de vidro e expondo a segunda fase cristalina, promovendo irregularidades dos cristais e possibilitando uma melhor ligação com o cimento (Borges et al.⁵⁵ 2003; Salvio et al.⁵⁶ 2007). Contudo, a concentração e o tempo do ácido são fatores que devem ser cuidadosamente controlados, pois podem levar à dissolução parcial dos cristais dentro da matriz vítrea, diminuindo a resistência da cerâmica (Yucel et al.⁵⁷ 2012).

El Zohairy et al.⁵⁸ em 2004 avaliaram a durabilidade da adesão entre cerâmica e cimento, utilizando diferentes padrões de condicionamento. Foi realizado condicionamento com ácido fluorídrico (HF), HF+silano (Monobond S- Ivoclar Vivadent), HF+silano+ adesivo hidrofílico (Optibond- Kerr, EUA) e HF+silano+adesivo hidrofóbico (Visio Bond- 3M ESPE, Alemanha), e observaram que a utilização de agentes hidrofílicos faz aumentar a resistência de união entre cimento e cerâmica ($\pm 36,6$ MPa).

Um trabalho de Torres et al.¹ em 2009 avaliou a resistência de união ao microcisalhamento de diferentes sistemas cerâmicos, submetidos a diferentes tratamentos de superfície. Foram utilizadas amostras de IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent), Cergogold (DeguDent), In Ceram Alumina (Vita) e Cercon (DeguDent), divididas em grupos: sem tratamento; condicionadas com ácido fluorídrico 9,5% por 20s, 60s e 120s; e abrasão com óxido de alumínio. O teste estatístico ANOVA 2 fatores mostrou que houve diferença na resistência adesiva de todas as cerâmicas analisadas, sendo que os maiores valores foram observados para as cerâmicas vítreas (IPS Empress 2- $32,28 \pm 2,6$ MPa e Cergogold- $22,8 \pm 3,7$ MPa), quando condicionadas com ácido fluorídrico. Para as demais cerâmicas a abrasão com óxido promoveu maiores resultados (In Ceram- $23,02 \pm 5,0$ Mpa e Cercon- $25,08 \pm 6,0$ MPa).

Brum et al.⁵⁹ em 2011, avaliaram o efeito do polimento das superfícies de dissilicato previamente ao tratamento de superfície. Os grupos foram divididos em 1- polido e 2-não polido, e subdivididos em condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e abrasão com óxido de alumínio; posteriormente, foi aplicado silano Monobond (Ivoclar Vivadent) em todas as superfícies, adesivo Scotchbond MP (3M ESPE) e os cilindros preenchidos com cimento resinoso Variolink II (Ivoclar Vivadent). Os espécimes foram submetidos ao teste de microcisalhamento e análise estatística ANOVA 2 fatores com teste de Tukey. Observaram-se melhores valores de resistência (MPa) para o grupo polido+ HF (44 MPa- A), porém sem diferença estatisticamente significativa para o grupo não polido +HF (39 MPa- A). Os autores concluíram que o condicionamento com o ácido fluorídrico é o mais efetivo para superfícies de cerâmicas vítreas, independente do polimento.

Xiaoping, Dongfeng e Silikas⁶⁰ avaliaram em seu estudo em 2014, o tempo de condicionamento do ácido fluorídrico (HF) na superfície do dissilicato de lítio e a resistência flexural de um cimento dual (Variolink N, Ivoclar Vivadent) com a cerâmica IPS e.max Press. Constataram que para 20s de condicionamento, a resistência flexural foi de 347 ± 43 MPa, para 40s foi de 330 ± 53 MPa, para 60s foi de 327 ± 67 MPa e para 120s foi de 317 ± 41 MPa. O HF aumentou a rugosidade de superfície da peça, e isso influenciou em uma maior resistência à flexão do cimento com a cerâmica, porém, quanto maior o seu tempo de aplicação, menor a sua resistência. Concluíram portanto, que o tempo de 20s é o ideal para condicionamento com ácido fluorídrico.

Wong et al.⁶¹ em 2017, também testaram em seu estudo a resistência à flexão de cerâmicas com diferentes tempos de condicionamento com o ácido fluorídrico (HF) (20s, 40s e 60s) e constataram que o tempo é estatisticamente significativo ($p < 0,05$) para análise estatística de Weibull. Quando a superfície foi condicionada por 60s, obteve-se uma resistência inferior aos demais tempos.

2.3.2. Zircônia

Após uma revisão de literatura com evidências científicas envolvendo cerâmicas, Della Bona e Kelly⁶ em 2008 apostaram na zircônia como um material bem-sucedido. No entanto, a cimentação na zircônia é um desafio que deve ser estudado. Por ser um material policristalino, tem a fase vítrea reduzida e isso

dificulta o seu tratamento de superfície, e a aplicação de agente silano pode não ser eficiente (Blatz, Sadan e Kern⁴ 2003). O tratamento mais comum das cerâmicas de zircônia é o jateamento com óxido de alumínio, porque as suas partículas promovem uma maior rugosidade de superfície, que facilita o embricamento mecânico da resina (Wolfart et al.⁴⁵ 2007).

Senylmaz et al.⁶² em 2007, investigaram a força de adesão através do teste de cisalhamento (imediate e após termociclagem) de cimentos resinosos autoadesivos com a zircônia (LAVA -3M ESPE, Alemanha), submetida a diferentes tratamentos de superfície. Discos de zircônia foram divididos em três diferentes condições experimentais: sem tratamento de superfície, jateamento com alumina e revestida com sílica. Os cimentos resinosos utilizados foram Panavia F[®] (Kuraray Co., Okayama, Japão), RelyX Unicem (3M ESPE, MN, EUA) e MaxCem[™] (Kerr-Orange, CA, EUA). Após o teste, foi observado uma redução da resistência de união de todos os grupos, quando os espécimes foram submetidos à termociclagem. No entanto, o grupo cimentado com MaxCem obteve os menores valores de resistência comparado com os demais cimentos. Concluíram que o jateamento da superfície melhora a adesão dos cimentos com a cerâmica.

Cavalcanti et al.³⁰ em 2009, avaliaram em seu estudo a influência de tratamentos de superfície e *primers* metálicos no condicionamento de peças de zircônia estabilizada em ítrio (Y-TZP). Duzentos e quarenta blocos de zircônia foram aleatoriamente separados em 24 grupos conforme o tratamento e o *primer* utilizado, e submetidos ao teste de microcisalhamento e as falhas avaliadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Encontraram um predomínio de falhas adesivas, e constataram que a aplicação do *primer* produz um aumento significativo na força de ligação, independente do tratamento de superfície e do cimento utilizado. E, quando associado ao jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3), há melhores valores de resistência de união.

Kulunk et al.⁶³ em 2011, avaliaram o efeito do jateamento com partículas de diferentes formas e tamanhos, na resistência ao microcisalhamento de cimentos resinosos com a superfície da zircônia. Sessenta discos de zircônia foram sinterizados e divididos em 6 grupos, de acordo com a condição experimental: sem nenhum tratamento (grupo controle); 30 μm de partículas de óxido de alumínio

revestido por sílica; 1-3 µm de partículas de diamante sintético; 110 µm de partículas de óxido de alumínio; 30-50 µm de partículas de diamante sintético e 60-80 µm de partículas de nitreto de boro cúbico. O teste de microcissalhamento foi realizado após 24h de armazenamento em estufa a 37°C e após 6000 ciclos de termociclagem. O teste estatístico ANOVA demonstrou que o jateamento com diferentes partículas afetou a força de união ($p < 0,001$), e que a maior resistência de união resultou do jateamento com partículas de 30-50 µm de diamante sintético (31,0 MPa \pm 2,1), seguido pelo jateamento com partículas de 110 µm de óxido de alumínio (30,5 MPa \pm 1,3).

2.3.3. Adesão

Numa revisão de literatura sobre os aspectos químicos da superfície cerâmica, Matinlinna e Vallittu⁸ em 2007, relataram que a utilização do silano promove uma ligação química chamada dupla reatividade, em que ocorre adesão entre matrizes orgânicas e inorgânicas. Além disso, aumentam a energia superficial da cerâmica, permitindo que o adesivo penetre mais facilmente.

Matinlinna e Lassila⁶⁴ em 2011, estudaram o efeito na resistência de união ao microcissalhamento de cinco silanos experimentais na superfície da zircônia Procera All Zircon. O cimento resinoso utilizado foi o Relyx Unicem (3M ESPE, MN, EUA), e dos 144 espécimes de zircônia, metade foi testado a seco, e a outra metade submetida a termociclagem de 6000 ciclos. A maior resistência de união foi obtida com o 3-AOPTMS (11,7 MPa) em armazenamento seco, e após a termociclagem os maiores valores de adesão foram obtidos com 3-GOPS (17,6 MPa). Concluíram portanto, que a utilização do silano produz uma melhora estatisticamente significativa na resistência de união.

Yun et al.⁶⁵ em 2010, avaliaram a influência do jateamento e de *primers* metálicos na resistência de união ao microcissalhamento de três cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (Kuraray) de polimerização dual, SuperBond C&B (Sunmedical) – polimerização química e o cimento autoadesivo MBond (Tokuyama Dental Corp.) com uma zircônia estabilizada por ítrio (Y-TZP). Conforme recomendado pelo fabricante, utilizaram os *primers* referentes a cada cimento. Os espécimes foram testados após 24h e após 5000 ciclos de termociclagem. Concluíram que é necessário realizar um jateamento prévio à aplicação dos *primers* na superfície da

zircônia, pois somente a utilização do cimento resinoso não garante uma adesão a longo prazo. Afirmam ainda, que há necessidade de desenvolvimento de um *primer* específico para as superfícies da zircônia.

Souza et al.⁶⁶ em 2010, avaliaram o efeito de *primers*, sistemas de cimentação e o envelhecimento na resistência de união ao substrato de zircônia. Os discos de cerâmica foram polidos e divididos em três condições experimentais: grupo controle (sem tratamento) e grupos tratados com *primers* contendo MDP (Alloy Primer- Kuraray e Epiguard Primer- Kuraray), em seguida, cimentados com cimento RelyX Unicem (3M ESPE) ou com Panavia 21 (Kuraray). O teste de microcisalhamento foi realizado após 24h e após 5000 ciclos de termociclagem. Através da análise estatística ANOVA e teste de Tukey, puderam observar que os grupos tratados com Alloy Primer apresentaram maiores valores de resistência de união (28,5 MPa para o cimento RelyX Unicem e 20,9 MPa para o cimento Panavia). Concluíram que *primers* contendo MDP podem aumentar a resistência de união entre a zircônia e o sistema de cimentação, e que esse tratamento químico é uma alternativa confiável para garantir uma força de ligação durável.

Manso et al.⁶⁷ realizaram uma revisão de literatura em 2011 sobre cimentos adesivos para a cimentação de cerâmicas, e reforçaram a ideia de que para se ter uma adesão estável e duradoura entre adesivo/cimento e cerâmica é necessária uma retenção mecânica criada pelo condicionamento ácido ou jateamento da superfície e silanização. Na maioria dos trabalhos foi descrito o uso de adesivos simplificados e cimentos de cura dual para a adesão das cerâmicas. Notaram que a espessura do cimento é um fator importante para garantir a boa adesão da cerâmica ao substrato, e por isso a utilização do cimento resinoso dual, que permite maior tempo de trabalho e fácil remoção dos excessos.

Siqueira et al.⁶⁸ em 2016, avaliaram a resistência de união ao microcisalhamento de vários sistemas adesivos universais aplicados em cinco diferentes materiais restauradores indiretos: resina composta indireta (Lava Ultimate- 3M ESPE); cerâmica feldspática (Vitablocks RealLife- VITA Zahnfabrik); cerâmica de vidro reforçada por leucita (IPS Empress CAD- Ivoclar Vivadent); cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) e cerâmica de zircônia estabilizada por ítrio (Ceramill Zi- Amann Girbach). Para cada material indireto, 60

espécimes foram divididos em 10 grupos, de acordo com o sistema adesivo que foi aplicado. Os *tygons* foram preenchidos por cimento resinoso dual NX3 (Kerr) e após 24h submetidos ao teste de microcisalhamento. O único adesivo que atingiu a maior média estatisticamente significativa entre todos os adesivos para as cinco cerâmicas foi o Peak Universal Bond- PUB (Ultradent). Para a cerâmica de dissilicato de lítio, os adesivos PUB e One Coat 7 Universal-OCU (Coltene) apresentaram maiores valores de resistência de união ($30,3\pm 0,4$ e $28,2\pm 0,7$, respectivamente); enquanto que para a zircônia reforçada por ítrio, todos os adesivos apresentaram boa resistência de união, exceto o adesivo Xeno Select (Dentsply) que obteve os menores valores de resistência ($19,5\pm 0,4$).

Em uma revisão de literatura realizada por Khan et al.⁶⁹ em 2017, que avaliaram estudos *in vitro* do período de 2010 a 2016, sobre as tendências mais atuais na cimentação de materiais de zircônia, encontraram diferentes tratamentos de superfície incluindo: jateamento com óxido de alumínio, revestido ou não por sílica, irradiação a laser, uso de diferentes *primers*, silanos e monômeros fosfatados. Concluíram que o problema de ligação entre cimentos resinosos e zircônia ainda não foi resolvido; no entanto, a aplicação de monômero fosfatado em superfícies revestidas com partículas de sílica tem sido a melhor alternativa para garantir a união estável entre o cimento e a superfície da zircônia.

3. PROPOSIÇÃO

3.1. Proposição geral

Avaliar a resistência de união ao microcisalhamento de cerâmicas com diferentes composições e diferentes agentes cimentantes imediatamente e após um ano de envelhecimento em ciclagem térmica.

3.2. Proposição específica

- 1) Avaliar a resistência de união ao microcisalhamento em cerâmicas de dissilicato de lítio e zircônia utilizando apenas silano ou associando silano + sistema adesivo contendo MDP, imediatamente e após um ano de armazenamento.
- 2) Avaliar através da microscopia eletrônica de varredura, o padrão de falha das cerâmicas com diferentes composições.
- 3) Avaliar a composição das superfícies cerâmicas por meio de EDS e sua relação com a resistência de união das cerâmicas envolvidas.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Preparo das amostras

Foram selecionados quatro materiais cerâmicos para o presente estudo: 1) zircônia Prettau® (Zirkonzahn, Zirkonzahn, Bruneck, Itália); 2) zircônia Prettau® Anterior® (Zirkonzahn, Zirkonzahn, Bruneck, Itália); 3) cerâmica de zircônia ICE (Zirkonzahn, Zirkonzahn, Bruneck, Itália) e 4) cerâmica de dissilicato de lítio IPS e.max Press (Ivoclar-Vivadent AG, Schaan Liechtenstein).

Um total de 40 blocos cerâmicos (10 por cerâmica), foram utilizados. Inicialmente, cada bloco foi cortado ao meio para obter um total N =80 espécimes cerâmicos de (12x12x6 mm) usando um disco de diamante montado em uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) a uma velocidade de 300 rotações por minuto, sob refrigeração com água constante. Após a limpeza ultrassônica em água destilada durante 15 minutos, os espécimes foram sinterizados seguindo o programa de cristalização recomendado pelo respectivo fabricante (Quadro 1).

4.2. Desenho experimental

Os espécimes cerâmicos foram distribuídos em 16 grupos experimentais (n=5) a depender da combinação das variáveis: cerâmica (Dissilicato de lítio, Prettau, Prettau Anterior e ICE) vs tratamento de superfície (silano ou silano+adesivo) vs cimento resinoso (Variolink Veneer ou Variolink II) vs fator tempo (testes imediato e longevidade após 1 ano). Segue a baixo o desenho experimental dos grupos baseado na variável cimento (Figura 1 e 2).

- VARIOLINK II

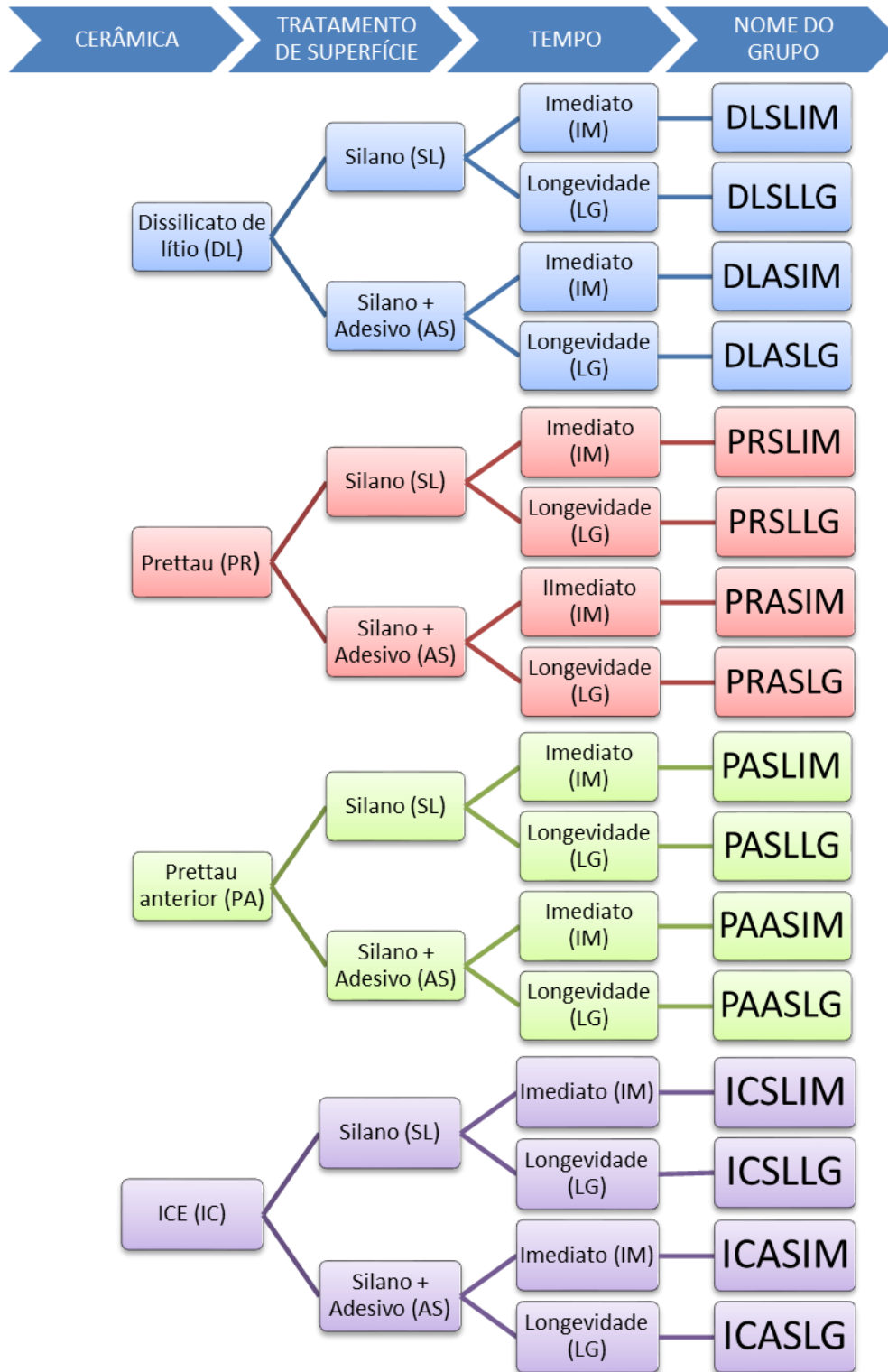


Figura 1. Desenho experimental dos grupos com o cimento Variolink II.

- VARIOLINK VENEER

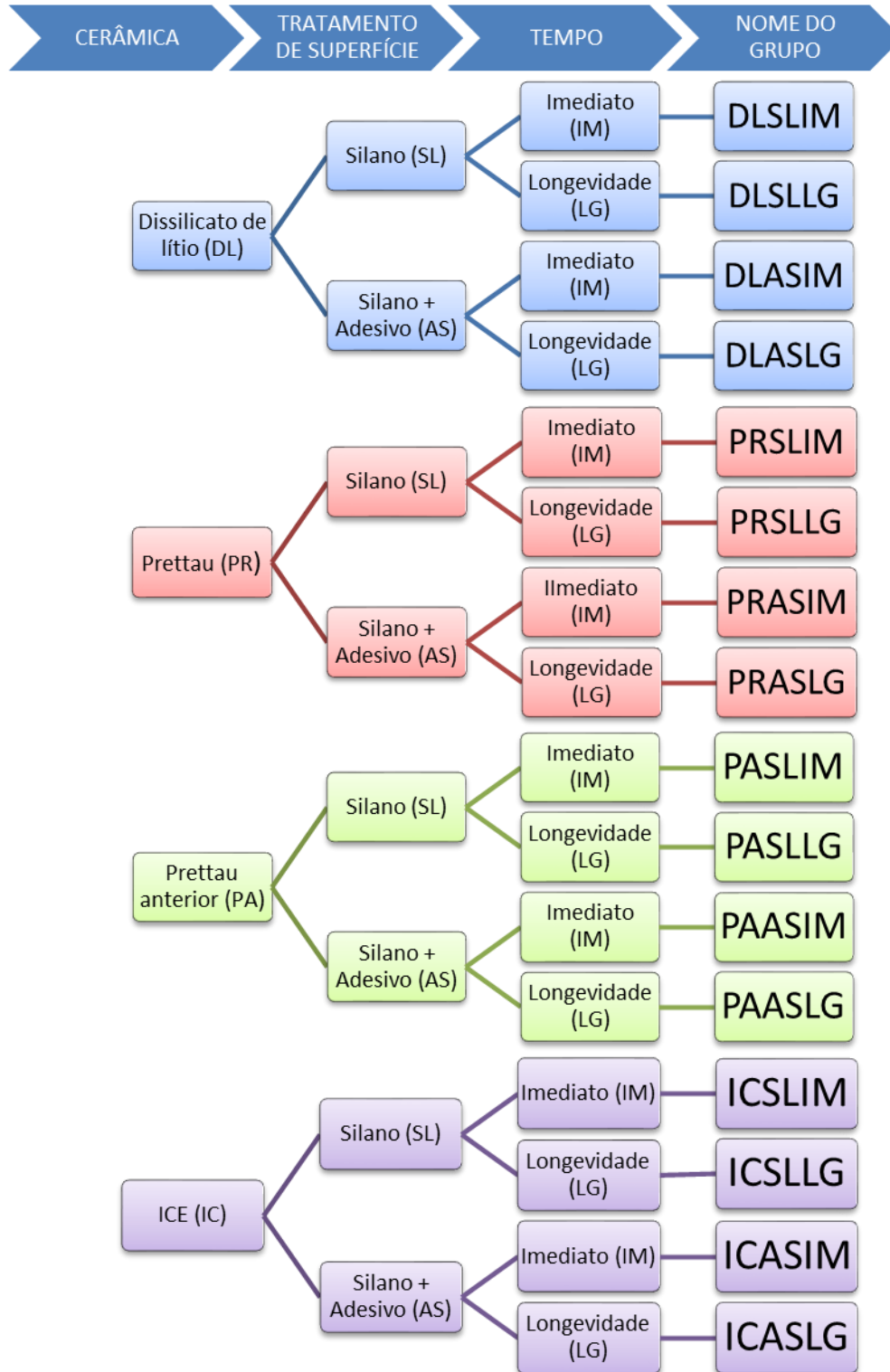


Figura 2. Desenho experimental dos grupos com o cimento Variolink Veneer.

4.3. Procedimentos adesivos

Inicialmente, os espécimes de cerâmicas foram montados em um tubo de policloreto de polivinila (PVC), preenchidos com resina acrílica (AutoClear, DentBras, Pirassununga, SP, Brasil), deixando a superfície do espécime (cerâmica) na parte superior do cilindro, com uma altura de aproximadamente 1 mm.

Em seguida, as cerâmicas Prettau, Prettau Anterior e ICE foram jateadas com partículas de óxido de alumínio 50 μm por 15 segundos a uma pressão de 2 bar, com uma distância padronizada de 4mm (figura 3). Todos os blocos cerâmicos foram lavados com jatos de água por um minuto e posteriormente levados a cuba ultrassônica (Cristófoli Biosegurança, Campo Mourão, PR, Brasil) num ciclo de 480 segundos para remoção das impurezas provenientes do polimento e jateamento, e levemente secos com um jato de ar

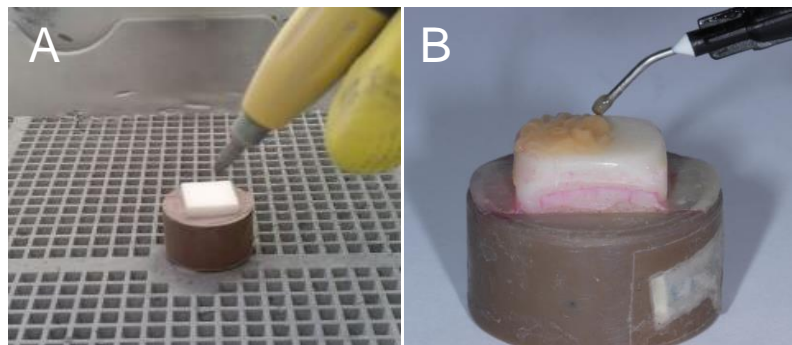


Figura 3. Condicionamento das superfícies cerâmicas. Em A jateamento com óxido de alumínio na peça de zircônia, e em B condicionamento com ácido fluorídrico à 5% da peça de dissilicato de lítio.

Para os espécimes de cerâmica IPS e.max Press, não é recomendado o jateamento com óxido de alumínio. Portanto, os mesmos foram condicionados com ácido fluorídrico (Condac Porcelana 5%, FGM, Joinville, SC, Brasil) por 20 s (figura 3), lavados com jato de água, posteriormente levados a cuba ultrassônica (Cristófoli Biosegurança, Campo Mourão, PR, Brasil) num ciclo de 480 segundos e secados com jatos de ar, para seguir com o procedimento adesivo.

Para todos os sistemas cerâmicos foi utilizado o agente de acoplamento silano Monobond N (Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein), este foi aplicado seguindo as recomendações do fabricante, sobre as superfícies previamente tratadas, deixando o material reagir por 60 s. Em seguida, foi aplicado um jato de ar de 20s para dispersar todo o excesso remanescente. Dos 16 grupos previamente

definidos por cimento, 8 deles foram tratados apenas com o silano (como recomendação do fabricante) e 8 foram tratados com silano mais adesivo (Adhese Universal, Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein) conforme recomendação do fabricante (figura 4).

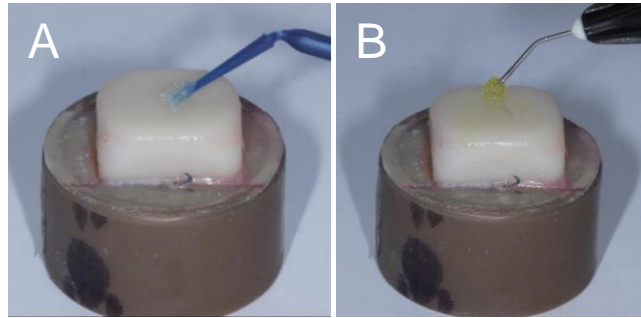


Figura 4. Aplicação do agente de acoplamento silano em todas as superfícies cerâmicas (A); em B aplicação do adesivo nos grupos estabelecidos.

Os blocos de cada grupo experimental (n=5) foram divididos um lado para: 1) cimento resinoso dual (Variolink II, Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein) ou 2) cimento resinoso fotopolimerizável (Variolink Veneer, Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein) sendo a superfície da cerâmica dividida em duas partes, para que cada metade fosse preparada por um dos cimentos descritos, visando uma melhor padronização. A aplicação foi realizada conforme as instruções dos fabricantes. A composição dos produtos utilizados neste estudo está disposta no Quadro 1.

Quadro 1. Descrição dos materiais, fabricante e composição.

MATERIAIS	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
Monobond N	Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein, Switzerland	Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato do ácido fosfórico e metacrilato de sulfeto.
Condac Porcelana 5%	FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil	5% de ácido fluorídrico, água, espessante, tensoativo e corante.
Adhese Universal	Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein, Switzerland	HEMA, 10-MDP, bis-GMA, MCAP, D3MA, álcool, água, dióxido de silício altamente disperso e CQ.
Variolink II	Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein, Switzerland	Matriz de monômero, (Bis-GMA, dimetacrilato de uretano e trietilenoglicol dimetacrilato) e carga inorgânica (vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos

		esferoidais) catalisadores, pigmentos e estabilizadores.
Variolink Veneer	Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein, Switzerland	Dimetacrilatos, cargas inorgânicas, Ytterbium trifluoreto, catalisadores, estabilizadores e pigmentos.
Zircônia Prettau	Zirkonzahn, Bruneck, Italia	Componente principal é ZrO_2 , Y_2O_3 (4-6%), SiO_2 (max. 0.02%), Al_2O_3 (<1%), Fe_2O_3 (max. 0.01%), Na_2O (max. 0.04%).
Zircônia Prettau Anterior	Zirkonzahn, Bruneck, Italia	Componente principal é ZrO_2 , Y_2O_3 (<12%), SiO_2 (max. 0.02%), Al_2O_3 (<1%), Fe_2O_3 (max. 0.02%), Na_2O (max. 0.02%), HfO_2 (<12%).
Zircônia ICE	Zirkonzahn, Bruneck, Italia	$ZrO_2+HfO_2 + Y_2O_3$ (não especificado), Y_2O_3 (4% a 6%), HfO_3 (não especificado), Al_2O_3 (<1%), outros óxidos (<0.07%)
Dissilicato de lítio (IPS e.max Press)	Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein, Switzerland	SiO_2 , Li_2O , K_2O , P_2O_5 , ZrO_2 , ZnO , outros óxidos e pigmentos de cerâmica.

MDP: 10-Metacriloxidecil diidogeno fosfato; HEMA: 2-Hidroxietilmetacrilato; Bis-GMA: Bis-fenol A-Glicidil Metacrilato; MCAP: polímero metacrilato ácido carboxílico; D3MA: dimetacrilato de decanodiol ; CQ: canforoquinona.

4.4. Preparo dos espécimes para microcissalhamento

Para obtenção dos espécimes com tamanho ideal para o teste de microcissalhamento, tubos de polietileno (*tygons*, Odeme Dental Research, Luzerna, SC, Brasil) com diâmetro de aproximadamente 0,75 mm foram seccionados com ajuda de um dispositivo metálico padrão utilizando uma lâmina de gilete (BD, São Paulo, SP, Brasil), obtendo *tygons* com uma altura de 0,5 mm.

Após o preparo das superfícies cerâmicas, 12 *tygons* foram posicionados sobre cada espécime cerâmicos e preenchidos com os cimentos resinosos (6 *tygons* para a metade da superfície com cimento dual, e 6 *tygons* para a outra metade com cimento foto, a fim de garantir a mesma condição para ambos os grupos), o cimento resinoso foi inserido com ajuda de uma sonda exploradora nº 5 (SSWhite/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), observando se estavam completamente preenchidos e se não possuíam bolhas, e na sequência foram fotoativados com um fotopolimerizador diodo emissor de luz Radium-Plus® (SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália) com 800 mW/cm^2 de intensidade de luz, por 40 segundos de acordo com as instruções

do fabricante (figura 5). A outra metade da superfície foi protegida com um alumínio no momento da fotoativação. A intensidade da luz a cada 5 espécimes foi verificada com auxílio de radiômetro (Demetron L.E.D. Radiometer, Kerr Sybron Dental Specialties, Middleton, WI, EUA). Os *tygons* foram removidos com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº15c (BD, São Paulo, SP, Brasil) (figura 5), e os espécimes foram analisados em microscópio óptico (Lambda LEB-3, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China), com um aumento de 40x para avaliar a existência de falhas ou fendas entre o material resinoso e a superfície da cerâmica. Os espécimes que apresentaram falhas foram excluídos e substituídos. Em seguida, foram armazenados em água, por 24 horas em uma estufa à 37°C.



Figura 5. Inserção do cimento resinoso nos *tygons* (A); fotoativação dos cimentos (B) e remoção dos *tygons* para armazenamento em estufa (C).

4.5 Resistência de união ao microcisalhamento (μ SBS)

Após 24 horas em estufa à 37°C, os espécimes foram retirados e posicionados verticalmente na máquina de ensaios universal (KRATOS® Dinamômetros, Cotia, SP, Brasil). Cada cilindro de cimento resinoso foi submetido ao teste com auxílio de um fio ortodôntico (0,2 mm de diâmetro e 10 cm de comprimento) preso na parte superior da garra, circundando o cilindro de cimento resinoso o mais próximo possível da interface de união cimento resinoso e superfície cerâmica (figura 6). O teste foi realizado com a célula de carga de 20 Kgf, induzindo a correta orientação das forças, numa velocidade de 1 mm/min até a falha. Os valores de resistência de união foram expressos em unidade de medida MPa (megapascal). As imagens de todas as falhas foram observadas em um microscópio óptico com magnificação de 100x (Lambda LEB-3, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China) e foram classificadas como: A – Adesiva (entre a cerâmica e o cimento resinoso); C– Coesiva (falha exclusivamente dentro do cimento resinoso ou da

cerâmica), e/ou M – Mista (áreas de fratura equivalentes na interface cimento-cerâmica incluindo falha coesiva no substrato vizinho).

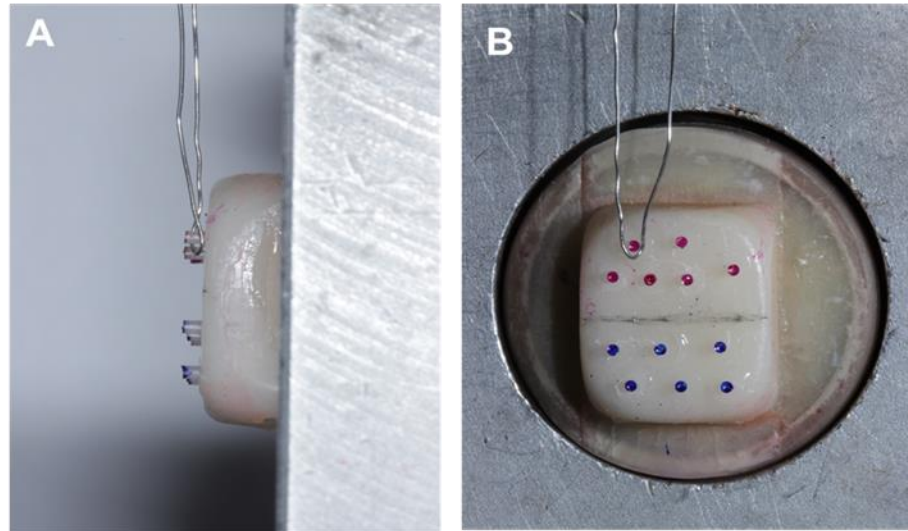


Figura 6. Vista lateral dos cilindros de cimento resinoso posicionados na máquina de ensaios universal (KRATOS) (A); vista frontal dos cilindros de cimento circundados pelo fio ortodôntico (B).

4.5.1. Padrão de Fratura por Microscopia Eletrônica de Varredura de Baixo Vácuo (FEG-SEM)

Duas superfícies cerâmicas de cada grupo foram levadas para avaliação do padrão de fratura em microscópio eletrônico de varredura de baixo vácuo (Mira 3- TESCAN ORSAY HOLDING, Warrendale, PA, EUA). As amostras foram desembutidas, todos os espécimes foram secos e desidratados em um dessecador durante 12 horas e as superfícies cerâmicas foram revestidas por uma liga de ouro/paládio em um evaporador de vácuo (SCD 050, Balzers, Schaan, Liechtenstein). Em seguida, foram realizadas três fotomicrografias dos padrões de fratura mais representativos de cada superfície cerâmica com aumentos de 150x, 600x e 1500x de magnificação.

4.6. Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS)

Para a análise em EDS, foram utilizados 2 espécimes por cerâmica. Os blocos cerâmicos foram observados em microscópio eletrônico de varredura de baixo vácuo (Mira 3- TESCAN ORSAY HOLDING, Warrendale, PA, EUA), equipado

com espectroscópio de dispersão de energia, sob 20.0 kV de voltagem e 1500x de magnificação. As avaliações em EDS quantificaram os níveis de fósforo, Ítrio, zircônia, alumínio e outros componentes.

4.7. Envelhecimento por ciclagem térmica

Após os testes imediatos, as cerâmicas foram preparadas com lixas de carbetto de silício de granulação #600, #1000, #1200, #1500, #2000 e #2500 sob irrigação a água para padronização da superfície, e seguiu-se o mesmo desenho experimental e protocolo descritos nos itens anteriores dessa sessão, mas dessa vez com o intuito de simular o envelhecimento das restaurações. Para isso, as amostras foram submetidas à 10.000 ciclos de termociclagem (Termocicladora OMC300- Odeme Dental Research, Luzerna, SC, Brasil), alternando em temperaturas de 5°C e 55°C, ficando imersos 15 segundos (s) em cada temperatura e tempo de transferência de 2 s entre elas (Deng et al.⁷⁰ 2014). Após o término dos ciclos, as amostras foram submetidas novamente ao teste de microcissalhamento na máquina de ensaios universal (KRATOS®, Cotia, São Paulo, Brasil), utilizando os mesmos parâmetros já estabelecidos. As fraturas foram avaliadas em microscópio óptico e levadas para avaliação em microscopia eletrônica de varredura (FEG- SEM) e espectrometria de energia dispersiva (EDS).

4.8. Análise estatística

Para fins estatísticos, optou-se por dividir o trabalho em duas condições distintas baseado nas variáveis cimento Variolink Veneer (fotoativado) e outra o cimento Variolink II (dual).

Os valores dos 6 *tygons* de cada bloco geraram uma média, e as 5 médias da resistência de união ao microcissalhamento do cimento resinoso Variolink II e Variolink Veneer foram submetidos à análise estatística ANOVA três fatores (tratamento de superfície vs tempo vs cerâmica) utilizando o software estatístico Statistica Six Sigma. As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey com nível de significância de 5%.

5. RESULTADOS

5.1. Valores de resistência de união

Para o cimento resinoso Variolink II, o teste ANOVA três fatores demonstrou que a interação tripla (cerâmica vs tratamento vs tempo) não foi significativa ($p=0,342$). Devido a isso, as interações duplas (tratamento vs tempo, tratamento vs cerâmica e tempo vs cerâmica) foram analisadas separadamente, a fim de encontrar o nível de significância.

A interação dupla tratamento vs tempo foi significativa ($p<0,001$). No tempo imediato, independente do tratamento de superfície realizado, os resultados de resistência de união foram estatisticamente superiores à longevidade. Quando comparados após a termociclagem, o grupo silano + adesivo foi estatisticamente superior ao tratamento apenas com o silano (Tabela 1).

A interação dupla tratamento vs cerâmica também foi significativa ($p=0,039$). As cerâmicas PA, PR e IC apresentaram valores de resistência de união estatisticamente superiores ao Dissilicato de Lítio (DL), independente do tratamento utilizado (Tabela 2).

A interação dupla tempo vs cerâmica, detectou diferenças significativas entre os grupos ($p<0,001$). A cerâmica de DL foi estatisticamente inferior à todas as outras em ambos os tempos avaliados. No tempo imediato, a cerâmica PR apresentou os melhores valores de resistência de união, sendo estatisticamente superior à IC e ao DL, porém semelhante à PA. Quando analisadas no tempo após a termociclagem, todas as cerâmicas apresentaram valores estatisticamente inferiores de resistência de união, comparadas ao tempo imediato (Tabela 3).

A Tabela 4 mostra a porcentagem de padrões de fratura encontrados em cada grupo para o cimento Variolink II. Independente do tempo e do tratamento, a maioria dos espécimes apresentou falhas adesivas ou mistas, e poucas falhas coesivas em cimento. No entanto, não foram encontradas falhas coesivas em nenhuma das cerâmicas.

Tabela 1. Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais para o cimento Variolink II (*)

TRATAMENTO	TEMPO	
	Imediato (IM)	Longitudinal (LG)
Silano (SL)	33,2 \pm 5,8 A	16,6 \pm 4,7 D
Silano + Adesivo (AS)	29,2 \pm 4,5 B	21,4 \pm 3,7 C

(*) Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes (ANOVA 3 fatores e teste de Tukey, $p < 0,05$)

Tabela 2. Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais para o cimento Variolink II (*)

TRATAMENTO	CERÂMICA			
	Dissilicato de lítio (DL)	Prettau Anterior (PA)	Prettau (PR)	ICE (IC)
Silano (SL)	17,6 \pm 8,7 B	27,1 \pm 8,9 A	29,1 \pm 12,4 A	25,9 \pm 6,0 A
Silano + Adesivo (AS)	20,7 \pm 4,6 B	27,8 \pm 4,6 A	27,1 \pm 7,1 A	25,6 \pm 3,7 A

(*) Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes (ANOVA 3 fatores e teste de Tukey, $p < 0,05$)

Tabela 3. Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais para o cimento Variolink II (*)

TEMPO	CERÂMICA			
	Dissilicato de lítio (DL)	Prettau Anterior (PA)	Prettau (PR)	ICE (IC)
Imediato (IM)	25,3 \pm 1,8 C	33,2 \pm 3,8 AB	36,5 \pm 3,0 A	29,8 \pm 2,6 B
Longitudinal (LG)	13,1 \pm 4,1 E	21,7 \pm 3,7 CD	19,6 \pm 3,3 D	21,7 \pm 2,6 CD

(*) Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes (ANOVA 3 fatores e teste de Tukey, $p < 0,05$)

Tabela 4. Porcentagens (%) dos padrões de fratura encontrados para cada grupo do cimento Variolink II (*)

CERÂMICA	TRATAMENTO		PADRÃO DE FRATURA				
	DE SUPERFÍCIE	TEMPO	Adesiva (A)	Mista (M)	Coesiva em cimento (Ccim)	Coesiva em cerâmica (Ccer)	
DL	SL	IM	83	17	0	0	
		LG	80	20	0	0	
	AS	IM	89	11	0	0	
		LG	74	26	0	0	
	PA	SL	IM	69	23	8	0
			LG	77	23	0	0
AS		IM	60	40	0	0	
PR	AS	LG	86	14	0	0	
		IM	77	23	0	0	
	SL	LG	80	14	6	0	
		IM	69	28	3	0	
	IC	AS	LG	63	34	3	0
			IM	91	9	0	0
SL		LG	71	26	3	0	
	AS	IM	71	29	0	0	
		LG	83	17	0	0	

(*) A: adesiva; M: mista; Ccim: Coesiva em cimento e Ccer: coesiva em cerâmica

Para o cimento resinoso Variolink Veneer, o teste ANOVA três fatores demonstrou que a interação tripla (tratamento vs tempo vs cerâmica) foi significativa ($p < 0,001$), então não houve necessidade em avaliar separadamente as duplas.

Para todas as cerâmicas, independente do tratamento de superfície, os valores de resistência de união foram estatisticamente superiores no tempo imediato, quando comparados ao tempo após a termociclagem. Na longevidade, todas as cerâmicas apresentaram maiores valores de resistência de união quando foi aplicado o tratamento de superfície de silano + adesivo (AS), comparados ao tratamento apenas com silano. Os maiores valores gerais de resistência de união foram observados para as cerâmicas PA e PR no tempo imediato, independente do tratamento de superfície, quando comparadas ao DL e à IC. No entanto, após a longevidade, o DL teve menor queda de resultado quando comparado às demais cerâmicas de zircônia, e isso demonstra que é uma cerâmica mais estável. E apesar da cerâmica IC ser mais opaca e ter apresentado valores inferiores à PA e PR, ela também se manteve mais estável após à longevidade (Tabela 5).

A Tabela 6 apresenta as porcentagens dos padrões de fratura encontrados para o cimento resinoso Variolink Veneer. Houve um predomínio de falhas adesivas e mistas, algumas coesivas em cimento, porém nenhuma coesiva em cerâmica.

Tabela 5. Valores de resistência de união (MPa) (médias \pm desvio padrão) dos diferentes grupos experimentais para o cimento Variolink Veneer (*)

TRATAMENTO	TEMPO	CERÂMICA			
		Dissilicato de lítio (DL)	Prettau Anterior (PA)	Prettau (PR)	ICE (IC)
Silano (SL)	Imediato (IM)	26,8 \pm 2,5 D	38,0 \pm 3,2 A	35,4 \pm 3,0 AB	19,6 \pm 2,1 E
	Longitudinal (LG)	10,5 \pm 0,7 GH	6,1 \pm 1,5 H	7,0 \pm 1,0 GH	9,9 \pm 3,0 GH
Silano+Adesivo (AS)	Imediato (IM)	28,2 \pm 3,1 CD	33,7 \pm 2,9 ABC	30,6 \pm 2,1 BCD	27,2 \pm 2,3 D
	Longitudinal (LG)	16,9 \pm 2,1 EF	12,8 \pm 1,5 FG	18,0 \pm 2,4 EF	17,8 \pm 2,5 EF

(*) Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes (ANOVA 3 fatores e teste de Tukey, $p < 0,05$)

Tabela 6. Porcentagens (%) dos padrões de fratura encontrados para cada grupo do cimento Variolink Veneer (*)

CERÂMICA	TRATAMENTO		PADRÃO DE FRATURA				
	DE SUPERFÍCIE	TEMPO	Adesiva (A)	Mista (M)	Coesiva em cimento (Ccim)	Coesiva em cerâmica (Ccer)	
DL	SL	IM	74	26	0	0	
		LG	77	14	9	0	
	AS	IM	80	20	0	0	
		LG	74	17	9	0	
	PA	SL	IM	89	11	0	0
			LG	89	11	0	0
AS		IM	89	11	0	0	
PR	SL	LG	71	29	0	0	
		IM	77	23	0	0	
	AS	LG	77	20	3	0	
		IM	74	26	0	0	
	IC	SL	LG	80	20	0	0
			IM	71	29	0	0
AS		LG	84	16	0	0	
		IM	86	14	0	0	
		LG	94	6	0	0	

(*) A: adesiva; M: mista; Ccim: Coesiva em cimento e Ccer: coesiva em cerâmica

5.1.1. Padrão de fratura por microscopia eletrônica de varredura (FEG-SEM)

A Figura 7 mostra os padrões de fratura avaliados através de microscopia eletrônica de varredura (FEG) com uma magnificação de 150x. Tanto no tempo imediato, quanto após o envelhecimento e independente do tratamento de superfície, pode-se observar um predomínio de falhas adesivas em todas as cerâmicas. Para PR e IC no tempo longitudinal, é possível observar uma falha mista. As falhas são demonstrativas dos padrões de fratura encontrados, visto a inviabilidade de fazer imagem de todos os espécimes.

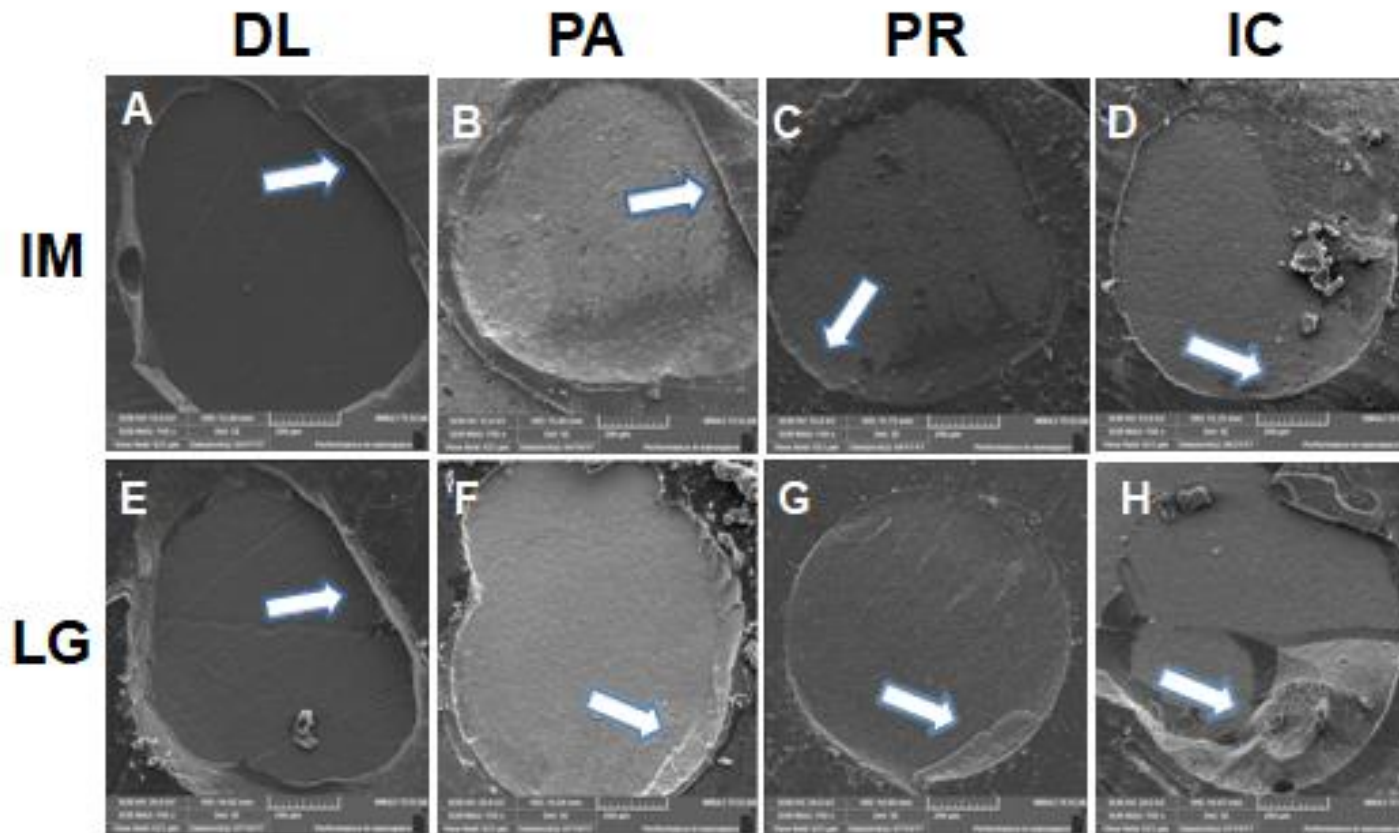


Figura 7. Imagens de FEG dos padrões de fratura de cada cerâmica: DL- dissilicato de lítio, PA- Prettau Anterior, PR- Prettau e IC- ICE, nos tempos imediato (IM) e longitudinal (LG). Nas figuras A, B, C, D e E, as flechas indicam o padrão de fratura adesiva encontrado nas cerâmicas em questão. A figura F também apresenta uma falha adesiva, no entanto a flecha indica resquícios de cimento vasados por baixo do *tygon*. E as figuras G e H representam as falhas mistas encontradas.

5.2. Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS)

1) Dissilicato de lítio

Na composição elementar da cerâmica a base de dissilicato de lítio há um predomínio de óxido de silício (SiO_2) totalizando 91,53% da composição cerâmica, enquanto os demais componentes como: óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de sódio (Na_2O), óxido de potássio (K_2O), óxido de cálcio (CaO) e óxido de zinco (ZnO), representam apenas 8% da composição, que estão apresentados na Tabela 7.

O Gráfico 1 apresenta o espectro de soma de mapas de todos os componentes da cerâmica de dissilicato de lítio. E a figura 8 mostra a superfície na qual foi realizado o teste de espectrometria de energia dispersiva.

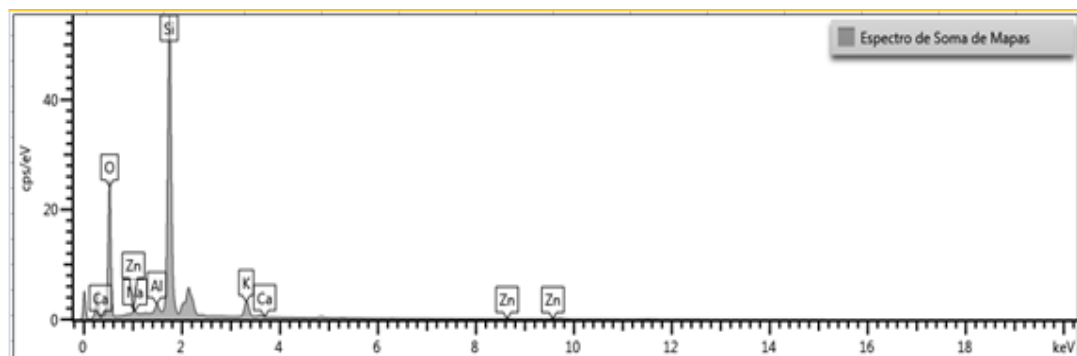


Gráfico 1. Espectro da soma de todos os componentes da cerâmica de dissilicato de lítio

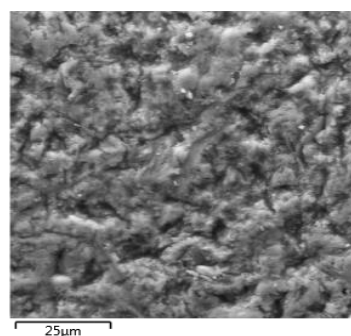


Figura 8. Imagem da superfície do dissilicato de lítio no aumento de 1500x.

Tabela 7. Porcentagem (%) elementar da cerâmica de dissilicato de lítio

Elemento	Óxido	% de Óxido	Sigma % de Óxido	Número de Íons
O				3
Na	Na ₂ O	0,3	0,02	0,01
Al	Al ₂ O ₃	2,15	0,02	0,04
Si	SiO ₂	91,53	0,08	1,44
K	K ₂ O	5,4	0,02	0,11
Ca	CaO	0,11	0,02	0
Zn	ZnO	0,52	0,04	0,01
Total		100		1,60 (Soma de cátions)

2) Prettau Anterior

A composição elementar da cerâmica a base de zircônia Prettau Anterior, tem como principal componente o óxido de zircônio (ZrO₂) totalizando 90,47% de toda a composição. Apresenta ainda componentes como: óxido de alumínio (Al₂O₃), óxido de sódio (Na₂O), óxido de ferro (FeO) e óxido de ítrio (Y₂O₃), representados na tabela 8. A maior quantidade de Y₂O₃ permite que haja maior estabilidade da cerâmica, além de melhorar os níveis de translucidez.

O Gráfico 2 apresenta o espectro de soma de mapas de todos os componentes da cerâmica Prettau Anterior. E a figura 9 mostra a superfície na qual foi realizado o teste de espectrometria de energia dispersiva.

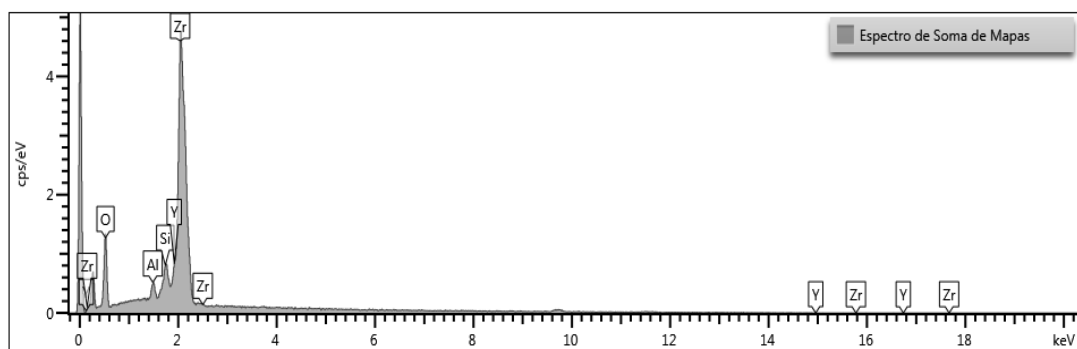


Gráfico 2. Espectro da soma de todos os componentes da zircônia Prettau Anterior

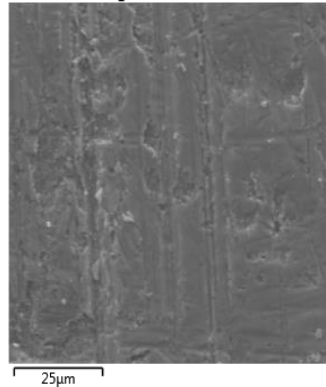


Figura 9. Imagem da superfície da cerâmica Prettau Anterior no aumento de 1500x.

Tabela 8. Porcentagem (%) elementar da cerâmica Prettau Anterior

Elemento	Óxido	% de Óxido	Sigma % de Óxido	Número de Íons
O				3
Na	Na ₂ O	0,01	0,01	0
Al	Al ₂ O ₃	0,38	0,02	0,01
Fe	FeO	0,04	0,03	0
Y	Y ₂ O ₃	9,1	0,09	0,15
Zr	ZrO ₂	90,47	0,12	1,38
Total		100		1,54 (Soma de cátions)

3) Prettau

A composição elementar da cerâmica a base de zircônia Prettau, é basicamente a mesma da cerâmica Prettau Anterior, no entanto, possui uma maior quantidade de óxido de zircônio (ZrO₂) na sua composição, totalizando 93,7% da estrutura. Apresenta ainda componentes como: óxido de alumínio (Al₂O₃), óxido de sódio (Na₂O), óxido de ferro (FeO) e óxido de ítrio (Y₂O₃), representados na tabela 9.

O Gráfico 3 apresenta o espectro de soma de mapas de todos os componentes da cerâmica Prettau. E a figura 10 mostra a superfície na qual foi realizado o teste de espectrometria de energia dispersiva.

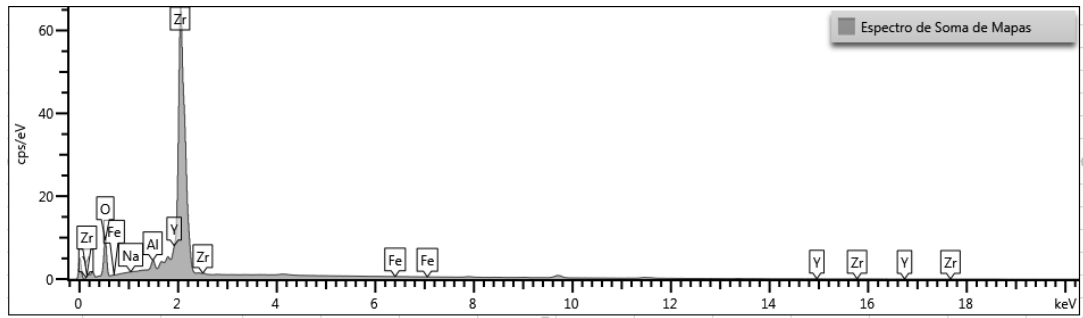


Gráfico 3. Espectro da soma de todos os componentes da zircônia Prettau

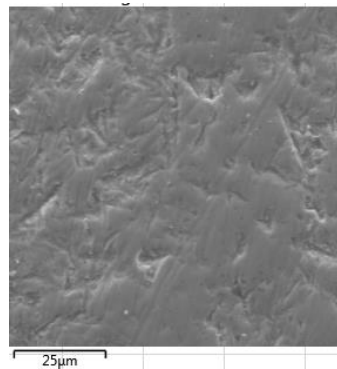


Figura 10. Imagem da superfície da cerâmica Prettau no aumento de 1500x.

Tabela 9. Porcentagem (%) elementar da cerâmica Prettau

Elemento	Óxido	% de Óxido	Sigma % de Óxido	Número de Íons
O				3
Na	Na ₂ O	0,01	0,02	0
Al	Al ₂ O ₃	1,84	0,03	0,07
Fe	FeO	0,03	0,04	0
Y	Y ₂ O ₃	4,42	0,14	0,07
Zr	ZrO ₂	93,7	0,18	1,4
Total		100		1,54 (Soma de cátions)

4) ICE

A cerâmica a base de zircônia ICE tem uma estrutura completamente opaca, devido à maior quantidade de zircônia na sua composição, e diminuição de outros componentes responsáveis pela translucidez da cerâmica. O EDS revela que há 90,03% de óxido de zircônio (ZrO₂) na composição elementar da cerâmica, e os

demais componentes são: óxido de alumínio (Al_2O_3), resultado do jateamento da peça, óxido de ítrio (Y_2O_3) como estabilizador, representados na tabela 10.

O Gráfico 4 apresenta o espectro de soma de mapas de todos os componentes da cerâmica Prettau anterior. E a figura 11 mostra a superfície na qual foi realizado o teste de espectrometria de energia dispersiva.

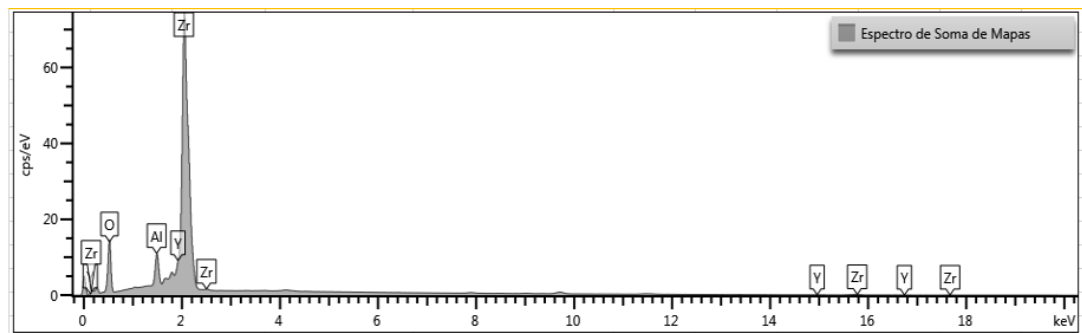


Gráfico 4. Espectro da soma de todos os componentes da zircônia ICE

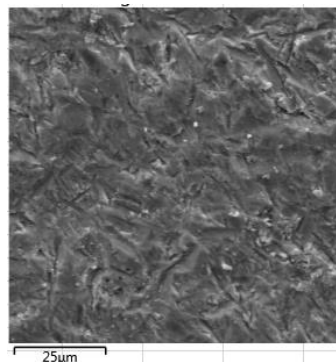


Figura 11. Imagem da superfície da cerâmica ICE no aumento de 1500x.

Tabela 10. Porcentagem (%) elementar da cerâmica Ice

Elemento	Óxido	% de Óxido	Sigma % de Óxido	Número de Íons
O				3
Al	Al_2O_3	5,46	0,03	0,19
Y	Y_2O_3	4,51	0,12	0,07
Zr	ZrO_2	90,03	0,15	1,3
Total		100		1,57 (Soma de cátions)

6. DISCUSSÃO

Este estudo foi realizado com o objetivo de avaliar a resistência de união ao microcisolamento de quatro cerâmicas com diferentes graus de translucidez e diferentes agentes cimentantes, submetidos à diferentes protocolos adesivos. O protocolo estabelecido foi o condicionamento das cerâmicas apenas com silano, ou associando o silano + um adesivo universal com dois cimentos resinosos, sendo eles: Variolink Veneer e Variolink II. Condizendo com a literatura encontrada, o presente estudo também demonstrou que a resistência de união das cerâmicas de zircônia é maior do que para as cerâmicas de dissilicato de lítio, independente do protocolo adesivo ou cimento utilizado. No entanto, a influência do adesivo pôde ser observada nos resultados após termociclagem, em que, para todas as cerâmicas, houve maiores resultados quando associado silano + adesivo. Desta forma, a hipótese nula de que não haveria diferença nos valores de resistência de união pelo protocolo adesivo utilizado em todas as cerâmicas deve ser rejeitada, pois houve sim diferenças estatísticas entre os protocolos e as diferentes cerâmicas testadas. Sendo as cerâmicas de zircônia Prettau (PR) e Prettau Anterior (PA), as que demonstraram maiores valores de resistência.

Fatores como a seleção adequada do cimento resinoso e o estabelecimento de um protocolo adesivo para cada superfície, são determinantes para garantir a longevidade das restaurações cerâmicas (Muñoz et al.⁷¹ 2013; Sezinando⁷² 2014). A indicação de um cimento dual ou fotopolimerizável, em diferentes espessuras cerâmicas, têm diferentes graus de conversão, dureza e resistência de união, e isso define o desempenho clínico dessas restaurações (Conrad, Seong, Pesun⁷³ 2007). Além disso, optar entre um sistema adesivo e a associação dele com um agente silano faz toda a diferença no resultado final. E na tentativa de comparar diferentes protocolos em cerâmicas com diferentes graus de translucidez, o presente estudo demonstrou que há uma grande diferença na resistência de união ao microcisolamento das cerâmicas a base de zircônia, comparadas às cerâmicas de dissilicato de lítio ao longo do tempo.

Sabe-se que as cerâmicas vítreas de dissilicato de lítio são compostas por elementos ácido sensíveis, o que permite a realização de um condicionamento com ácido fluorídrico (Guarda et al.⁵⁴ 2013), que tem por finalidade criar

microporosidades na superfície cerâmica (Salvio et al.⁵⁶ 2007). A aplicação de um agente silano nessa superfície promove uma ligação química, chamada de dupla reatividade, devido à sua molécula ser bi-funcional. Essa reação garante uma boa adesão do silano com a superfície e ainda permite que o adesivo penetre mais facilmente (Matinlinna e Vallittu⁸ 2007; Yucel et al.⁵⁷ 2012). Isso explica os bons resultados de resistência de união encontrados para o dissilicato de lítio, tanto para o grupo do silano (SL) como para o grupo de silano + adesivo (AS). No entanto, nota-se que o DL se manteve estável ao longo do tempo, com uma baixa queda nos valores de resistência após a termociclagem.

Um estudo de Moro et al.⁷⁴ (2017), encontrou maiores valores de resistência de união ao microcisalhamento quando há associação de um silano com um adesivo universal, mesmo após a termociclagem. E assim como o presente estudo, houve também um predomínio de falhas adesivas. O silano pode ser diluído em água ou etanol, conforme o pH da solução, e isso determina a vida útil desse produto (Luque-Martinez et al.⁷⁵ 2014; Chen et al.⁷⁶ 2015). Geralmente a solução de silano possui uma maior estabilidade, devido à sua hidrólise ocorrer de forma rápida e reversível (Fabianelli et al.¹³ 2010; Van Merbeek et al.⁷⁷ 2011). No entanto, se o pH do meio difere do seu valor ótimo, a qualidade da interface adesiva é prejudicada. Devido à ligação química que ocorre quando um adesivo é aplicado sobre o silano, a interface se mantém estável e duradoura (Moro et al.⁷⁴ 2017), justificando portanto, a estabilidade do DL.

As cerâmicas à base de zircônia foram introduzidas na Odontologia com o intuito de superar algumas limitações das propriedades mecânicas de outros sistemas cerâmicos (Denry, Kelly¹⁸ 2008), e mais recentemente foram introduzidas no mercado com maior translucidez para melhorar a estética das suas próteses (Borba et al.²⁰ 2011; Haddad, Rocha, Assunção⁷⁸ 2011). Diferente das cerâmicas vítreas, as cerâmicas de zircônia possuem alto conteúdo cristalino e pouco conteúdo vítreo, o que impossibilita que sejam tratadas com condicionamento ácido (Piconi, Maccauro¹⁶ 1999; Della Bona et al.²⁴ 2007a). Esse fator acaba implicando numa desvantagem no uso da zircônia, pois para garantir o sucesso clínico dessas restaurações, é necessário uma efetiva interface de ligação (Matinlinna, Lassila⁶⁴ 2011; Otani et al.⁵² 2015). Vários tratamentos de superfície têm sido pesquisados, como jateamento com óxido de alumínio, revestimento com sílica, aplicação de

laseres, condicionamento e infiltração seletiva, entre outros (Yun et al.⁶⁵ 2010; Nakamura et al.⁷⁹ 2011), assim como a utilização de *primers* e adesivos metálicos que promovam uma melhor ligação química com a superfície da zircônia (Senyilmaz et al.⁶² 2007).

O tratamento de superfície da zircônia e a formação de uma união confiável com o cimento resinoso é de extrema importância para garantir o sucesso clínico (De Souza et al.⁶⁶ 2010). Quando se altera fisicamente a superfície da cerâmica, seja por condicionamento ácido ou jateamento, essa mudança resultará em melhor molhabilidade do substrato, e conseqüente potencial adesivo (Della Bona et al.²⁴ 2007a). Porém, o ponto fraco da união entre zircônia e o cimento resinoso é a degradação hidrolítica que ambos materiais sofrem (Ozcan, Kerkdijk, Valandro⁴⁶ 2008; Cavalcanti et al.³⁰ 2009), principalmente quando são submetidos ao processo de envelhecimento. El Sayed et al.⁸⁰ (2015) mostraram em seu estudo que o efeito da ciclagem térmica na superfície cerâmica depende muito do tipo do adesivo utilizado e da quantidade de ciclos a que foi submetido. E assim como no presente estudo, outros autores também comprovaram em suas pesquisas que após o envelhecimento, os valores de resistência diminuíram significativamente (Senyilmaz et al.⁶² 2007; Matinlinna, Vallittu⁸ 2007; Ozcan, Kerkdijk, Valandro⁴⁶ 2008; De Souza et al.⁶⁶ 2010). Portanto, a segunda hipótese nula também foi rejeitada, visto que a termociclagem influenciou na força de ligação dos cimentos com todas as cerâmicas.

Associar materiais e técnicas eficazes para cada superfície cerâmica é de extrema importância para garantir bons resultados. Alguns monômeros ácidos podem reagir com os óxidos metálicos presentes na zircônia, e pesquisas têm mostrado que o uso de materiais resinosos à base de monômeros fosfatados como o 10-MDP (10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato) são os mais indicados para utilização na cerâmica de zircônia (Wolfart et al.⁴⁵ 2007; Oyague et al.⁸¹ 2009; Kern, Barloi e Yang⁸² 2009; Fabião et al.⁸³ 2015; Yagawa et al.⁸⁴ 2017).

Kobayashi et al.⁸⁵ (2009) encontrou um predomínio de falhas adesivas (86,7%) quando a superfície da zircônia foi polida e associada à um silano, e uma maior quantidade de falhas mistas (63,3%) quando a superfície foi jateada e associada à um silano. Esses resultados mostram que o silano deve ser combinado

com outro tratamento para que haja efetividade. Kern, Barloi e Yang⁸² (2009) acreditam que a associação do jateamento com óxido de alumínio com monômeros contendo 10-MDP é essencial para garantir maiores valores de resistência, porque eles formam ligações químicas mais estáveis e resistentes. Aboushelib et al.³¹ (2009) também comprovou que a combinação de jateamento com materiais resinosos contendo 10-MDP garantem uma efetiva resistência de união, além da longevidade da adesão após termociclagem e armazenamento em água. No presente estudo, houve um predomínio de falhas adesivas para as cerâmicas em zircônias, e em menor quantidade falhas mistas, para ambos os cimentos testados. E segundo Yagawa et al.⁸⁴ (2017), a aplicação de monômeros contendo 10-MDP aumenta a resistência de união ao microcissalhamento para uma zircônia translúcida, mesmo após a termociclagem.

As pesquisas mostram, portanto, que 10-MDP é considerado atualmente o padrão-ouro em termos de ligação química. Possui em sua composição uma cadeia de carbono hidrofóbica, e com isso cria uma superfície reativa com o óxido de zircônia, formando compostos de baixa solubilidade que estabilizam essa ligação por mais tempo, garantindo a longevidade clínica (Feitosa et al.⁸⁶ 2014a; Peumans et al.⁸⁷ 2015; Feitosa et al.⁸⁸ 2014b; Yoshihara et al.⁸⁹ 2014; De Paula et al.⁹⁰ 2017). Isso indica que os resultados encontrados são pertinentes à literatura, porque as cerâmicas PA, PR e IC tiveram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes no tempo imediato para ambos os tratamentos de superfície. No entanto, quando avaliadas após a termociclagem, tiveram uma queda reduzida com a associação do silano + adesivo contendo MDP, tornando indispensável o uso de materiais contendo 10-MDP na cimentação de peças de zircônia.

Das três zircônias utilizadas no presente estudo, somente a Prettau Anterior (PA) é considerada uma zircônia cúbica totalmente estabilizada, pois como mostra o resultado do EDS-SEM, essa cerâmica possui <9% de ítrio na sua composição, enquanto as cerâmicas Prettau (PR) e ICE (IC) são consideradas parcialmente estabilizadas pois possuem valores entre 4 e 6% de ítrio. As diferenças de brilho e translucidez podem estar relacionadas tanto com o tamanho dos grãos, quanto principalmente com o teor de ítrio na composição, sendo a zircônia PA evidentemente a mais translúcida (Sulaiman et al.⁹¹ 2015). Pekkan et al.⁹² (2016) calculou o tamanho dos grãos que compõe as cerâmicas de zircônia através de

microscopia eletrônica, e confirmou que os grãos que compõem a estrutura da zircônia ICE são maiores que as demais. No entanto, ainda não existem estudos suficientes que comprovem que, de fato, o tamanho dos grãos interfere na radiopacidade.

As cerâmicas de zircônia têm sido uma alternativa para a confecção de próteses pelas reconhecidas e favoráveis propriedades mecânicas.. No entanto, o protocolo adesivo para tal cerâmica não está bem estabelecido, e muitas pesquisas acerca deste tema estão sendo feitas. O presente estudo vem contribuir com esses resultados, mas ainda são necessárias mais pesquisas “*in vitro*” e pesquisas clínicas a curto e longo prazo sejam desenvolvidas, para que seja firmado um protocolo ideal para a cimentação de cerâmicas de zircônia.

7. CONCLUSÃO

Dentro das limitações desse estudo e com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- 1) A resistência de união ao microcissalhamento dos cimentos às cerâmicas de zircônia são maiores do que com as cerâmicas de dissilicato de lítio tanto no tempo imediato quanto na longevidade, no entanto, o DL se mantém mais estável ao longo do tempo.
- 2) A aplicação de silano associado à um adesivo é necessário para garantir melhores resultados após o envelhecimento das restaurações.
- 3) Cerâmicas de zircônia mais translúcidas podem se tornar uma alternativa eficaz de restaurações estéticas e com bons resultados de adesão.
- 4) O padrão de falha foi predominantemente adesivo para todas as cerâmicas, independente da sua composição.

REFERÊNCIAS

1. Torres SM, Borges GA, Spohr AM, Cury AA, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent*. 2009;34(4):399-407.
2. Bitter K, Paris S, Hartwig C, Neumann K, Kielbassa AM. Shear bond strengths of different substrates bonded to lithium disilicate ceramics. *Dent Mater J*. 2006;25(3):493-502.
3. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dent Mater*. 2008;24(3):289-98.
4. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89(3):268-74.
5. Fradeani M, D'Amelio M, Redemagni M, Corrado M. Five-year follow-up with Procera all-ceramic crowns. *Quintessence Int*. 2005;36(2):105-13.
6. Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 2008;139 Suppl:8S-13S.
7. Harada K, Raigrodski AJ, Chung KH, Flinn BD, Dogan S, Mancl LA. A comparative evaluation of the translucency of zirconias and lithium disilicate for monolithic restorations. *J Prosthet Dent*. 2016;116(2):257-63.
8. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces—An insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil*. 2007;34(8):622-30.
9. Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2014;112(1):22-30.
10. Guess PC, Zavanelli RA, Silva NR, Bonfante EA, Coelho PG, Thompson VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. *Int J Prosthodont*. 2010;23(5):434-42.
11. Schultheis S, Strub JR, Gerds TA, Guess PC. Monolithic and bi-layer CAD/CAM lithium-disilicate versus metal-ceramic fixed dental prostheses: comparison of fracture loads and failure modes after fatigue. *Clin Oral Investig*. 2013;17(5):1407-13.
12. Pekkan G, Hekimoglu C. Evaluation of shear and tensile bond strength between dentin and ceramics using dual-polymerizing resin cements. *J Prosthet Dent*. 2009;102(4):242-52.
13. Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between

- leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010;38(1):39-43.
14. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res.* 1989;23(1):45-61.
 15. Matsuzaki F, Sekine H, Honma S, Takanashi T, Furuya K, Yajima Y, Yoshinari M. Translucency and flexural strength of monolithic translucent zirconia and porcelain-layered zirconia. *Dent Mater J.* 2015;34(6):910-7.
 16. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999;20(1):1-25.
 17. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007;35(11):819-26.
 18. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307.
 19. Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends, *J. Am. Ceram. Soc.* 2009; 92(2): 1901-1920.
 20. Borba M, de Araújo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater.* 2011;27(7):710-21.
 21. Raptis NV, Michalakis KX, Hirayama H. Optical behavior of current ceramic systems. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2006;26(1):31-41.
 22. Kern M, Swift EJ Jr. Bonding to zirconia. *J Esthet Restor Dent.* 2011;23(2):71-2.
 23. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture, toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004a;20(5):441-8.
 24. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res.* 2007a;21(1):10-5.
 25. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15(2):159-67.
 26. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998;14(1):64-71.

27. Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent*. 2006;8(3):175-81.
28. Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater*. 2007b;23(6):769-75.
29. 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(1):71-82.
30. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with a different surface treatments. *Oper Dent*. 2009;34(3):280-7.
31. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. *Dent Mater*. 2009;25(8):989-93.
32. Thompson VP, Gracis S, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015;28(3):227-35.
33. Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater*. 2004;20(4):338-44.
34. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006;77(1):28-33.
35. Cattell MJ, Knowles JC, Clarke RL, Lynch E. The biaxial flexural strength of two pressable ceramic systems. *J Dent*. 1999;27(3):183-96.
36. Höland W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *J Biomed Mater Res*. 2000;53(4):297-303.
37. Evans AG. Perspective on the Development of High-Toughness Ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1990;73(2):187-206.
38. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials Part II Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004b;20(5):449-56.
39. Jiang W, Bo H, Yongchun G, LongXing N. Stress distribution in molars restored with inlays or onlays with or without endodontic treatment: a three-dimensional finite element analysis. *J Prosthet Dent*. 2010;103(1):6-12.

40. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent.* 2003;31(3):181-8.
41. Won Choi J, Yeun-Kim S, Hyeon Bae J, Bin Bae E, Bo Huh J. In vitro study of the fracture resistance of monolithic lithium disilicate, monolithic zirconia, and lithium disilicate pressed on zirconia for three-unit fixed dental prostheses. *J Adv Prosthodont.* 2017; 9(4): 244–251.
42. Edelhoff D, Sorensen J. Light transmission through all-ceramic framework and cement combinations. *J Dent Res (Spec Iss A)* 2002;81.
43. Baldissara P, Llukacej A, Ciocca L, Valandro FL, Scotti R. Translucency of zirconia copings made with different CAD/ CAM systems. *J Prosthet Dent.* 2010;104(1):6-12.
44. Palla ES, Kontonasaki E, Kantiranis N, Papadopoulou L, Zorba T, Paraskevopoulos KM, Koidis P. Color stability of lithium disilicate ceramics after aging and immersion in common beverages. *J Prosthet Dent.* 2017; pii: S0022-3913(17):1-11.
45. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater.* 2007;23(1):45-50.
46. Ozcan M, Kerckdijk S, Valandro LF. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. *Clin Oral Investig.* 2008;12(3):279-82.
47. Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2006;96(3):154-64.
48. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: A laboratory study. *Int J Prosthodont.* 2001;14(3):231-8.
49. Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics, *J Am Ceram Soc.* 2000;83(3):461-487.
50. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater.* 2011;7(2):858-65.
51. Flinn BD, Raigrodski AJ, Mancl LA, Toivola R, Kuykendall T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. *J Prosthet Dent.* 2017;117(2):303-9.

52. Otani A, Amaral M, May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of a bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater.* 2015;31(6):648-56.
53. Kelly JR, Benetti P. Ceramic material in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J.* 2011;56 Suppl 1:84-96.
54. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent.* 2013;38(2):208-17.
55. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003;89(5):479-88.
56. Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, de Goes MF, Knowles JC. Effect of water storage and surface treatments in the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. *J Prosthodont.* 2007;16(3):192-9.
57. Yucel MT, Aykent F, Akman S, Yondem I. Effect of surface treatment methods on the shear bond strength between resin cement and all-ceramic core materials. *J Non-Crystalline Solids.* 2012;358(5):925-930.
58. El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater.* 2004;20(8):778-87.
59. Brum R, Mazur R, Almeida J, Borges G, Caldas D. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Oper Dent.* 2011;36(5):478-85.
60. Xiaoping L, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. *Dent Mater.* 2014;30(12):e330-6.
61. Wong ACH, Tian T, Tsoi JKH, Burrow MF, Matinlinna JP. Aspects of adhesion tests on resin-glass ceramic bonding. *Dent Mater.* 2017;33(9):1045-1055.
62. Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall AC, Burke FJ. The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium-based ceramic. *Oper Dent.* 2007;32(6):623-30.
63. Kulunk S, Kulunk T, Ural C, Kurt M, Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontol Scand.* 2011;69(2):88-94.

64. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater.* 2011;27(3):273-80.
65. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater.* 2010;26(7):650-8.
66. de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond Strength to High-Crystalline Content Zirconia After Different Surface Treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;93(2):318-23.
67. Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and Adhesives for All-Ceramic Restorations. *Dent Clin North Am.* 2011;55(2):311-32.
68. Siqueira F, Cardenas AM, Gutierrez MF, Malaquias P, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Perdigão J. Laboratory performance of universal adhesive systems for luting CAD/CAM restorative materials. *J Adhes Dent.* 2016;18(4):331-40.
69. Khan AA, Al Kheraif AA, Jamaluddin S, Elsharawy M, Divakar DD. Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: a review. *J Adhes Dent.* 2017;19(1):7-19.
70. Deng D, Yang H, Guo J, Chen X, Zhang W, Huang C. Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesive-dentine interfaces. *J Dent.* 2014;42(12):1577-85.
71. Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent.* 2013;41(5):404-11.
72. Sezinando A. Looking for the ideal adhesive – A review. *Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxiofac.* 2014; 55(4):194-206.
73. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007;98:389-404.
74. Moro AFV, Ramos AB, Rocha GM, Perez CDR. Effect of prior silane application on the bond strength of a universal adhesive to a lithium disilicate ceramic. *The Journal of Prosthetic Dentistry.* 2017;118(5):666-671.
75. Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dent Mater.* 2014;30(10):1126-35.

- 76.Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K et al. Bonding of universal adhesives to dentine-old wine in new bottles?. J Dent. 2015;43(5):525-36.
- 77.Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. Dent Mater. 2011;27(1):17-28.
- 78.Haddad MF, Rocha EP, Assunção WG. Cementation of prosthetic restorations: from conventional cementation to dental bonding concept. J Craniofac Surg. 2011; 22(3):952-8.
- 79.Nakamura T, Usami H, Ohnishi H, Takeuchi M, Nishida H, Sekino T, Yatani H. The effect of adding silica to zirconia to counteract zirconia's tendency to degrade at low temperatures. Dent Mater J. 2011;30(3):330-5.
- 80.El Sayed HY, Abdalla AI, Shalby ME, Essa ME, Amin DM. Effect of thermocycling on the micro-shear bond strength of solvent free and solvent containing self-etch adhesives to dentin. Tanta Dent J. 2015;12(1): 28-34.
81. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. Dent Mater. 2009;25(2):172-9.
- 82.Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. J Dent Res. 2009;88(9):817-22.
- 83.Fabião MM, Stape THS, Yanikian CRF, Lima AF, Pizi ECG, Baron GMM, Martins RM. Influence of different adhesive protocols on ceramic bond strength and degree of conversion of resin cements. Int J Adhes Adhes. 2015;62:7-13.
- 84.Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. J Prosthodont Res. 2017; 19. pii: S1883-1958(17)30089-0.
- 85.Kobayashi K, Komine F, Blatz MB, Saito A, Koizumi H, Matsumura H. Influence of priming agents on the short-term bond strength of an indirect composite veneering material to zirconium dioxide ceramic. Quintessence International. 2009;40(7): 545-51.
- 86.Feitosa VP, Ogliari FA, Van Meerbeek B, Watson TF, Yoshihara K, Ogliari AO et al. Can the hydrophilicity of functional monomers affect chemical interaction?. J Dent Res. 2014a;93(2):201-6.

87. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Van Meerbeek B. Thirteen-year randomized controlled clinical trial of a two-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions. *Dent Mater.* 2015;31(3):308-14.
88. Feitosa VP, Sauro S, Ogliari FA, Ogliari AO, Yoshihara K, Zanchi CH et al. Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of functional monomers. *Dent Mater.* 2014b;30(12):e317-23.
89. Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Kamenoue S, Okihara T et al. Novel fluoro-carbon functional monomer for dental bonding. *J Dent Res.* 2014;93(2):189-94.
90. De-Paula DM, Loguercio AD, Reis A, Frota NM, Melo R, Yoshihara K, Feitosa VP. Micro-Raman Vibrational Identification of 10-MDP Bond to Zirconia and Shear Bond Strength Analysis. *Biomed Res Int.* 2017;2017:8756396.
91. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Ritter AV, Lassila LV, Vallittu PK, Närhi TO. Degree of conversion of dual-polymerizing cements light polymerized through monolithic zirconia of different thicknesses and types. *J Prosthet Dent.* 2015;114(1):103-8.
92. Pekkan G, Saridag S, Pekkan K, Helvacioğlu DY. Comparative radiopacity of conventional and full-contour Y-TZP ceramics. *Dent Mater J.* 2016;35(2):257-63.