Estudo de caracterização de superfície de Zircónia pré-sinterizada tratada com silicatização e diferentes amplitudes do laser de Er:YAG

BRAYAN JOSÉ DA SILVA FREITAS

MONOGRAFÍA DE INVESTIGAÇÃO

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

Porto

2020

Estudo de caracterização de superfície de Zircónia pré-sinterizada tratada com silicatização e diferentes amplitudes do laser de Er:YAG

MONOGRAFÍA DE INVESTIGAÇÃO

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

Autor: Brayan José Da Silva Freitas

Aluno do 5º ano do Mestrado Integrado em Medicina Dentária da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto

brayanjose24@hotmail.com

up201504693

Orientador: Prof. Doutor Paulo Francisco Cesar

Professor Associado II do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral. Da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Coorientadora: Prof[a]. Doutora Paula Cristina dos Santos Vaz Fernandes

Professora Auxiliar com Agregração da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto

Porto

2020

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar, pela sua orientação, um exemplo de competência e dedicação à investigação cientifica. Obrigado pela recepção no departamento de Biomateriais e Biologia Oral. Meu profundo agradecimento pela amizade, rigor científico e ensinamentos transmitidos.

À Prof[a]. Dra. Paula Cristina dos Santos Vaz Fernandes, pela aceitação da coorientação, admiro a sua capacidade de aliar a prática clínica com a pesquisa. Agradeço também pela consideração e confiança durante a elaboração deste trabalho possibilitando o meu crescimento intelectual e pessoal.

À Prof[a]. Dra Inês Sansonetty Gonçalves Côrte-Real , agradeço por todo o apoio desde o inicio do trabalho.

À Prof[a]. Dra Claudia Volpato por estabelecer um meio de ligação para que este trabalho tivesse um inicio e conclusão.

À Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo - FOUSP, na pessoa do seu diretor Prof. Dr. Rodney Garcia Rocha.

Ao Departamento de Biomateriais e Biologia Oral na pessoa do seu chefe de departamento Prof. Dr. Victor Elias Arana-Chavez. Obrigado pelo auxílio essencial para a concretização da análise morfológica nesta investigação.

À Profa. Dra. Ana Cecília Corrêa Aranha, agradeço o auxílio permanente para a concretização dos trabalhos realizados no Laboratório Especial de Lasers em Odontologia (LELO). Meu profundo agradecimento pelos conselhos e hospitalidade demonstrada, disponível para me ajudar mesmo tendo tantas coisas suas para fazer.

À Dra. Beatriz Togoro, pilar fundamental para a realização desta investigação. Pela sua disponibilidade e colaboração.

À Dra. Kelli Monteiro e colegas do departamento de Biomateriais e Biologia Oral que tanto me ajudaram com os equipamentos e tirando dúvidas.

A todos os professores do Departamento de Dentística por todos os ensinamentos transmitidos a mim.

Aos funcionários do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral, do Laboratório Especial de Lasers em Odontologia (LELO), da secretaria de Graduação e da Biblioteca da FOUSP, pela disponibilidade e pelo profissionalismo.

À Deus, que está sempre iluminando o meu caminho.

À minha família por estarem sempre ao meu lado em todas as etapas da minha vida. Aos meus pais, exemplo de perseverança, disciplina e pelo amor transmitido. Ao meu irmão pela coragem e companheirismo mesmo à distância.

Aos meus amigos e colegas por toda a paciência, carinho, amor e por acreditarem sempre nas minhas capacidades. Especialmente, aos meus amigos da FMDUP, Rita, Mariana e Marta por estes 5 anos cheios de experiências, aventuras, e sorrisos. Obrigado por tudo.

À todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a conclusão deste trabalho, os meus sinceros agradecimentos!

RESUMO

Introdução: Dentro das cerâmicas policristalinas disponíveis, a Zircónia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) destaca-se por apresentar melhores propriedades mecânicas quando comparada com as cerâmicas vitro-cerâmicas e compósitos infiltrados por vidro. Embora proporcione propriedades mecânicas superiores, a Zircónia apresenta como desvantagem o baixo potencial de adesão aos cimentos. Visando auxiliar o processo de adesão entre as cerâmicas a base de Zircónia e os cimentos resina, deve assegurar-se a realização de tratamentos de superfície.

Objetivo: Este estudo pretendeu avaliar a morfologia da Zircónica após aplicação de diferentes tratamentos de superfície: Abrasão triboquímica, Laser de Er:YAG com diferentes amplitudes de pulso e/ou a combinação destes dois procedimentos.

Material e Métodos: Três blocos de Y-TZP pré-sinterizados destinados ao processamento por CAD/CAM foram seccionados até se obterem 33 amostras. De seguida, as amostras foram distribuídas aleatoriamente por grupos experimentais tendo em conta um fator de variação – o tratamento de superfície: Abrasão triboquímica e Laser de Er:YAG (LightWalker Fotona®) - 2,94 μm, 85 mJ, 13,36 J/cm^2 , 5 Hz, 0,40 W, 10 mm de distancia focal, 60% água, 40% ar. Assim, obtiveram-se onze grupos experimentais (n=3). Após tratamento e sinterização das amostras, estas foram avaliadas através de uma análise morfológica por microscopia eletrónica de varrimento (MEV).

Resultados: O laser de Er:YAG, independente da amplitude de pulso testada, promoveu uma efetiva ablação na Y-TZP, sem carbonização ou formação de fissuras. Os grupos que receberam tratamento de superfície combinado evidenciaram alguma semelhança à superfície do grupo com silicatização pós-sinterização, contudo com retenções micromecânicas dispersas e superfície mais homogénea.

Conclusão: Amplitudes de pulso de 50 e 100 μs resultaram nos melhores parâmetros quando aplicado o laser de Er:YAG para alterar a morfologia superficial da Zircónia. A combinação do tratamento com laser de Er:YAG e silicatização é um método promissor capaz de promover irregularidades na superfície da Zircónia, além de incorporar Sílica na superfície.

Palavras-chave: Zircónia. Y-TZP. Tratamento de superfície. Laser de Er:YAG. Abrasão triboquímica. Microscopia eletrónica de varrimento.

ABSTRACT

Introduction: Among the polycrystalline ceramics available, Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal (Y-TZP) stands out for presenting better mechanical properties when compared to vitro-ceramic ceramics and glass-infiltrated composites. Although they offer superior mechanical properties, Zirconia presents as a disadvantage the low potential for adhesion to cements. In order to assist the adhesion process between Zirconia ceramics and resin cements, surface treatments should be carried out.

Objective: This study aimed to evaluate the morphology of Zirconia after applying different surface treatments: Tribochemical Silica Coating, Er:YAG laser with different pulse widths and / or the combination of these two treatments.

Material and Methods: Three blocks of pre-sintered Y-TZP intended for CAD/CAM processing were sectioned to obtain 33 standard samples. Then, the samples were randomly distributed in experimental groups taking into account a variation factor - the surface treatment: Tribochemical silica coating and Er:YAG laser (LightWalker Fotona®) - 2.94 μm, 85 mJ, 13,36 J/cm^2, 5 Hz, 0.40 W, 10 mm focal length, 60% water, 40% air. Thus, eleven experimental groups were formed (n = 3). After surface treatment and sintering of the samples, they were evaluated through a morphological analysis by scanning electron microscopy (SEM).

Results: The Er:YAG laser, regardless of the tested pulse width, promoted an effective ablation on Zirconia without carbonization or crack formation. The groups that received combined surface treatment showed some similarity to the group surface with Tribochemical silica coating after sintering, however with scattered micromechanical retentions and a more homogeneous surface.

Conclusion: Pulse widths of 50 and 100 μs resulted in the best parameters when applying the Er:YAG laser to alter the surface morphology of Zirconia. The combination of the Er:YAG laser and Tribochemical silica coating is a promising treatment capable of promoting irregularities on the Zirconia surface, in addition to the incorporation of silica on the surface.

Keywords: Zirconia. Y-TZP. Surface treatment. Er:YAG Laser. Tribochemical Silica Coating. Scanning electron microscopy

LISTA DE ABREVIATURAS E ACRÓNIMOS

Al_2O_3	Óxido de Alumínio
SiO_2	Dióxido de Silício
CAD/CAM	Computer Aided Design and Computer Aided Manufacturing
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
Er:YAG	Érbio: Ítrio-Alumínio-Granada
DE	Densidade de Energia
MEV	Microscopia Eletrónica de Varrimento
Y-TZP	Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal

LISTA DE SÍMBOLOS

µm	Micrómetro(s)
µs	Microssegundo(s)
nm	Nanómetro(s)
mm	Milímetro(s)
min	Minuto(s)
s	Segundo(s)
mJ	Milíjoule(s)
cm^2	Centímetro(s) quadrado
rpm	Rotações por minuto
Hz	Hertz
J/cm^2	Joule(s) por centímetro(s) quadrado
°	Grau(s)
°C	Grau(s) Celsius
%	Porcentagem
x	Vezes
n	Número de Amostras
bar	Bares de Pressão
W	Watt(s)

ÍNDICE

1. Introdução 1

2. Material e Métodos.....3

2.1 Protocolo Experimental.....3

2.2 Obtenção dos Corpos-de-Prova (amostras) de Y-TZP.....4

2.3 Tratamentos de Superfície.....6

2.3.1 Irradiação com o Laser de Er:YAG.....6

2.3.2 Abrasão Triboquímica.....7

2.4 Sinterização.....7

2.5 Análise Morfológica por Microscopia Eletrónica de Varrimento.....8

3. Resultados.....9

3.1 Análise Morfológica por Microscopia Eletrónica de Varrimento.....9

3.1.1 Sem Tratamento.....9

3.1.2 Irradiação com o Laser de Er:YAG.....10

3.1.3 Abrasão Triboquímica – Sistema Rocatec.....12

3.1.4 Irradiação com Laser de Er:YAG + Silicatização.....13

4. Discussão.....15

5. Conclusão.....20

6. Referencias Bibliográficas.....21

7. Anexos.....25

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Representação esquemática do protocolo experimental.....3

Figura 2: Maquina de corte Isomet1000 seccionando um bloco de Y-TZP pré-sinterizada obtendo os corpos de prova (amostras).....4

Figura 3: Politriz metalográfica utilizada para padronizar as superfícies das amostras.....5

Figura 4: Posição e medidas da fita adesiva formando a janela de tratamento.....6

Figura 5: Painel de seleção dos parâmetros do Laser Lightwalker Fotona®.....7

Figura 6: Forno ZYrcomat utilizado para sinterizar as amostras de Y-TZP.....8

Figura 7: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GC, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....9

Figura 8: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL50, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....10

Figura 9: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL100, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....11

Figura 10: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL300, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....11

Figura 11: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL600, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....12

Figura 12: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GAT, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....12

Figura 13: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GNAT, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....13

Figura 14: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G50A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....13

Figura 15: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G100A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....14

Figura 16: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G300A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....14

Figura 17: Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G600A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B).....14

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela I: Especificações dos grupos experimentais.....4

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, o impacto visual que a maioria dos indivíduos promove numa primeira abordagem em sociedade, resulta geralmente da observação facial. Neste contexto, um sorriso harmonioso torna-se pré-requisito para boa integração na sociedade, aumentando a solicitação de restaurações estéticas. Grande parte destas é efetuada com materiais dentários de aplicação direta. Contudo, perante a necessidade de restaurações extensas, as restaurações indiretas constituem indicação nestes casos. Consequentemente, as cerâmicas têm sido amplamente utilizadas em medicina dentária, devido a diversas vantagens, como por exemplo, elevada resistência à compressão, elevada biocompatibilidade e estabilidade química, propriedades estéticas favoráveis, entre outras[1].

A evolução dos sistemas cerâmicos envolveu mudanças no processo de fabrico, microestrutura e composição química com o objetivo de implementar melhorias nas propriedades mecânicas do material[2]. Como resultado, surgiram as cerâmicas policristalinas que representam, atualmente, materiais restauradores com excelente resistência mecânica[3].

Dentro das cerâmicas policristalinas disponíveis, a Zircónia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP - Yttrium-stabilized Tetragonal Zircónia Polycrystal), destaca-se por apresentar melhores propriedades mecânicas quando comparada com as cerâmicas vitro-cerâmicas e compósitos infiltrados por vidro[4-6].

O sucesso clínico de uma restauração indireta depende de uma boa adesão aos elementos dentários[7]. Embora ofereça propriedades mecânicas superiores, a Y-TZP apresenta como desvantagem o baixo potencial de adesão aos cimentos[8,9]. Este material apresenta uma microestrutura puramente cristalina, sem nenhum conteúdo vítreo, sendo um material ácido-resistente. Desta forma, as técnicas de cimentação adesiva convencionais para as outras cerâmicas não é efetiva para a Y-TZP[10,11].

Visando a auxiliar o processo de adesão entre a cerâmica Y-TZP e os cimentos resina, diferentes tratamentos de superfície têm sido propostos na literatura[10,12,13]. Atualmente, a silicatização é o tratamento de superfície considerado *Gold Standard* para a superfície das restaurações a base de Zircónia[13-16]. No entanto, os lasers de elevada potência passaram a ser estudados como método alternativo, para promover alteração da morfologia de superfície em cerâmicas policristalinas e melhorar a qualidade de união ao cimento resina[17-19].

O laser de Er:YAG (Érbio: Ítrio-Alumínio-Granada) tem sido proposto para o tratamento de superfície de restaurações indiretas. Diferentes estudos verificaram que a utilização deste laser na superfície de Y-TZP promove uma topografia favorável para o processo de adesão[20-22]. Contudo, outros estudos demonstraram que a irradiação pode gerar carbonização e fissuras na superfície deste material[17,23,]. Estes resultados controversos devem-se provavelmente à diversidade de parâmetros e metodologias testadas. A evolução tecnológica dos equipamentos de laser de Er:YAG permitiu ajustar diversos parâmetros de irradiação. O controle destes parâmetros, como a amplitude de pulso, pretende evitar a formação de fissuras e/ou carbonização do material cerâmico[24,25].

A maioria dos tratamentos de superfície de Y-TZP são realizados após a sinterização final[18,20,26]. Neste contexto, o laser de Er:YAG pode causar fissuras, carbonização ou, em parâmetros baixos, não causa nenhuma alteração na superfície do material[23,27]. Alguns estudos propuseram que os tratamentos de superfície fossem feitos antes da sinterização final da Y-TZP, atenuando efeitos contraproducentes na superfície desta cerâmica[27-30].

O tratamento da superfície de Y-TZP com o laser de Er:YAG poderia ser um método alternativo ou coadjuvante ao do *Gold Standard*, a silicatização. Mesmo assim, torna-se evidente que o tratamento com este tipo de laser pode ser um desafio, requerendo conhecimentos profundos sobre as características morfológicas do substrato irradiado, sem que haja comprometimento da microestrutura. Mais estudos são necessários para definir protocolos de aplicação deste tipo de laser e determinar o melhor momento para os tratamentos de superfície da Y- TZP, antes ou após a sua sinterização final.

Este trabalho pretende avaliar as características morfológicas em Y-TZP pré-sinterizada, após irradiação com diferentes amplitudes de pulso do laser de Er:YAG e/ou em combinação com a silicatização pós-sinterização, considerado o tratamento *Gold Standard* para as cerâmicas policristalinas. Neste contexto, espera-se que os tratamentos promovam alguma alteração superficial sem causar danos no material.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Protocolo Experimental

Neste estudo foram utilizados blocos cerâmicos de Zircónia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP - Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal) tendo em conta um fator de variação (tratamento de superfície) conforme o protocolo experimental apresentado na Figura 1 e Tabela I.

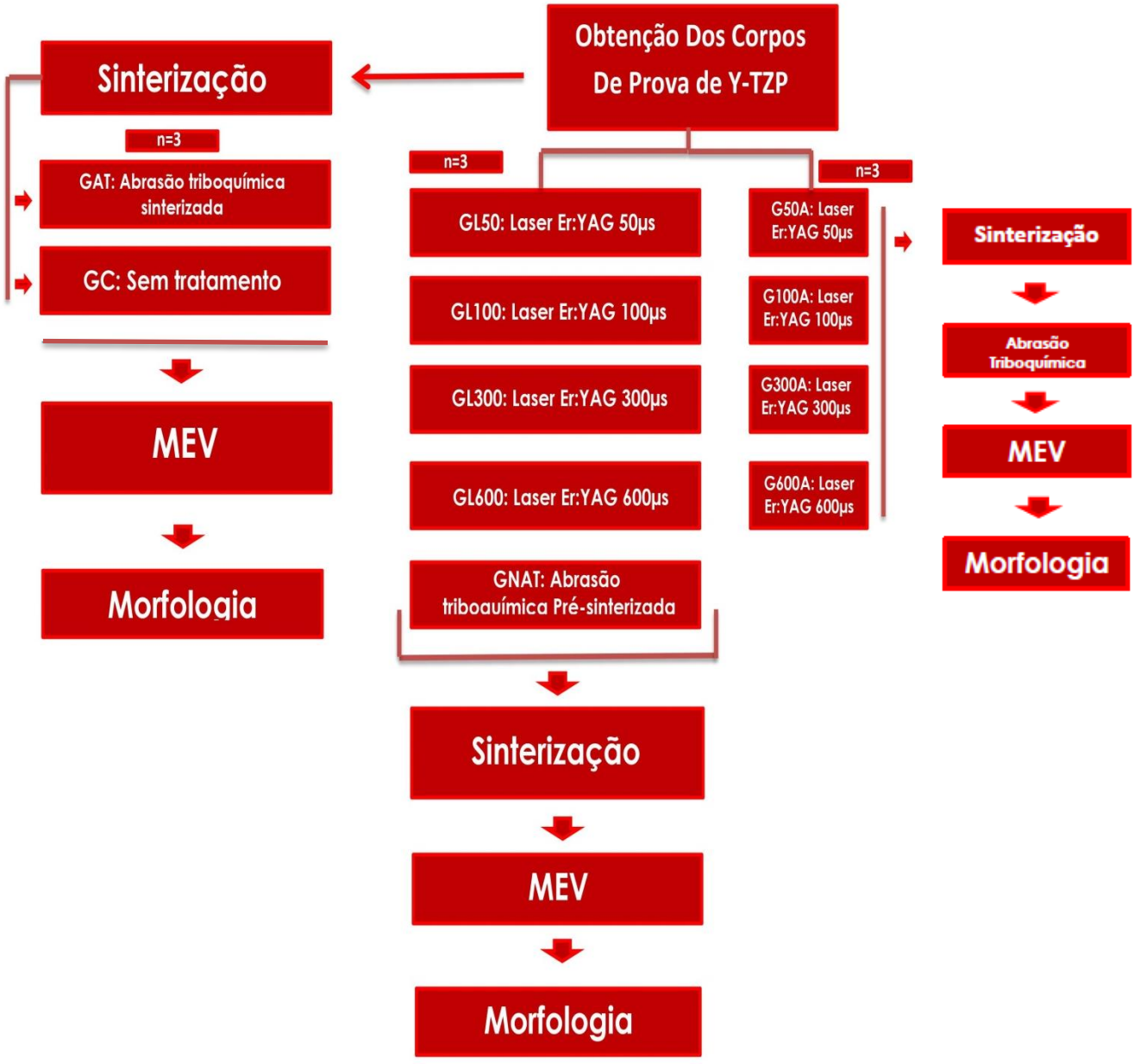

Figura 1 – Representação esquemática do protocolo experimental.

Tabela I – Especificações dos grupos experimentais.

GRUPOS	ESPECIFICAÇÕES
GL50-Laser Er:YAG	85mJ; 0.40W; 5Hz; 13,36J/cm²; 10s, 10mm distância focal; 50µs
GL100-Laser Er:YAG	85mJ; 0.40W; 5Hz; 13,36J/cm²; 10s, 10mm distância focal; 100µs
GL300-Laser Er:YAG	85mJ; 0.40W; 5Hz; 13,36J/cm²; 10s, 10mm distância focal; 300µs
GL600-Laser Er:YAG	85mJ; 0.40W; 5Hz; 13,36J/cm²; 10s, 10mm distância focal; 600µs
GNAT-Abrasão Triboquímica pré-sinterizado	Partículas de 30µm; 2,8bar; 15s; 10mm de distância, 45˚
GAT-Abrasão Triboquímica sinterizado	Partículas de 30µm; 2,8bar; 15s; 10mm de distância, 45˚
G50A-Laser Er:YAG + Silicatização pós-sinterização	Especificações do grupo GL50 + protocolo de sinterização
G100A-Laser Er:YAG + Silicatização pós-sinterização	Especificações do grupo GL100 + protocolo de sinterização
G300A-Laser Er:YAG + Silicatização pós-sinterização	Especificações do grupo GL300 + protocolo de sinterização
G600A-Laser Er:YAG + Silicatização pós-sinterização	Especificações do grupo GL600 + protocolo de sinterização
GC-Controle	Sem tratamento

2.2 Obtenção dos corpos-de-prova (amostras) de Y-TZP

Três blocos de Y-TZP pré-sinterizados (IPS® e.max ZirCAD B40, Ivoclar Vivadent®, Schaan, Liechtenstein), destinados ao processamento por CAD/CAM, foram utilizados para a realização deste estudo. Cada bloco foi fixado em máquina de corte Isomet 1000 (Projeto Fapesp 2005/04701-7) (Buehler®, Lake Bluff, USA), e seccionado utilizando um disco diamantado (Série 15LC diamond no. 11-4254, Buehler®, USA), a 250 rpm, sob refrigeração, até a obtenção de 11 corpos de prova por bloco, totalizando 33 corpos de prova (amostras) com as seguintes dimensões: 10 (comprimento) x10 (altura) x2 (espessura) mm (Figura 2). Essas medidas foram estipuladas considerando-se que a Zircónia reduz aproximadamente 20% do seu volume após a sinterização final.

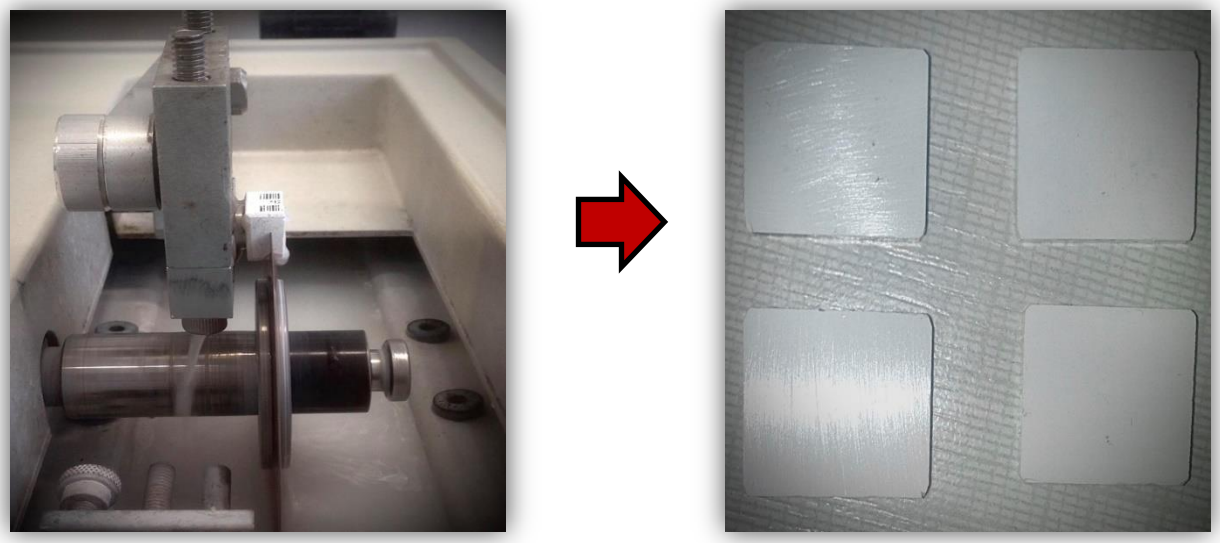

Figura 2 - Máquina de corte Isomet1000 seccionando um bloco de Y-TZP pré-sinterizada obtendo os corpos de prova (amostras).

Após a obtenção dos corpos de prova de Zircónia, foi realizada a padronização das superfícies com lixas de Óxido de Alumínio de granulometria #600-800-1200 em politriz metalográfica (Ecomet300 Buehler® Ltd, Lake Buff, Illinois, EUA), durante 10 segundos, sob refrigeração, com a finalidade de obter superfícies padronizadas planas e paralelas (Figura 3). Após as diferentes preparações, todas as amostras foram colocadas num equipamento Ultra Sónico Digital (Shenzhen Codyson Electrical Co®., Ltd, CHN), durante 90 segundos para limpeza e remoção de resíduos, e secas com ar durante 10 segundos.

Figura 3 – Politriz metalográfica utilizada para padronizar as superfícies das amostras.

De seguida, as amostras foram aleatoriamente distribuídas por onze grupos experimentais, conforme o tratamento de superfície (n=3), para as metodologias que foram realizadas.

Uma das duas superfícies de cada amostra foi coberta com duas tiras de fita adesiva de Cloreto de Polivinil não plastificada (Graphic Tape; Chartpak®, Leeds, EUA), com 2 mm de espessura cada, deixando-se uma janela central de 8 (altura) x 2 (comprimento), em milímetros, onde foram realizados os tratamentos (Figura 4). O grupo GC não foi submetido a nenhum tipo de tratamento de superfície, constituindo o grupo controle. Os demais grupos foram tratados conforme descrito de seguida.

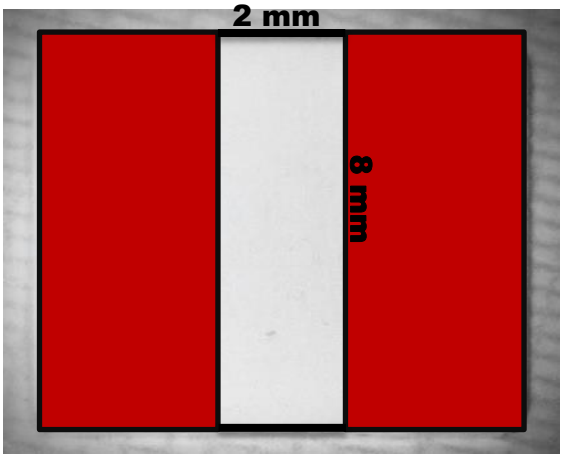

Figura 4 - Posição e medidas da fita adesiva formando a janela de tratamento.

2.3 Tratamentos de Superfície

2.3.1 Irradiação com o Laser de Er:YAG (GL50; GL100; GL300; GL600; G50A; G100A; G300A; G600A)

Foi utilizado o laser de Er:YAG (LightWalker Fotona®, AT/AT S, Eslovênia), que possui um comprimento de onda de 2,94 μm, largura do pulso regulável entre 50 e 1000 μs, taxa de repetição de 2 a 50 Hz, uma potência média de 20W e um diâmetro do feixe de 0,9 mm. Os parâmetros foram escolhidos a partir de estudos baseados na literatura e confirmados por um estudo piloto (Figura 5): 85 mJ de energia, 0,40W de potência e 5 Hz de taxa de repetição, com 10 mm de distância focal, irrigação de 60% de água e 40% de ar, durante 10 segundos na região delimitada pelas fitas adesivas. A densidade de energia foi calculada a partir da fórmula DE=E/A, onde DE é a densidade de energia, E é a energia (J) e A é a área do feixe laser (cm^2), totalizando 13,36 J/cm^2.

A amplitude de pulso foi o único componente do protocolo de irradiação modificado, conforme os grupos experimentais: GL50-50 μs; GL100-100 μs; GL300-300 μs; GL600-600 μs; G50A-50 μs; G100A-100 μs; G300A-300 μs; G600A-600 μs. A energia emitida pelo laser foi verificada por um medidor de potência (Ophir Optronics®, Wilmington, MA, EUA) a cada 3 amostras.

Figura 5 - Painel de seleção dos parâmetros do Laser Lightwalker Fotona®.

2.3.2 Abrasão Triboquímica (GNAT; GAT; G50A; G100A; G300A; G600A)

A silicatização foi realizada com partículas de Óxido de Alumínio (Al_2O_3) revestidas por Sílica (SiO_2) de 30 μm, aplicadas com uma inclinação de 45° (ângulo formado entre a ponta do jateador e a superfície da amostra), a uma distância de 10 mm. O jateamento foi realizado com pressão constante de 2,8 bar, durante 15 segundos.

2.4 Sinterização

Após os tratamentos de superfície, as amostras foram lavadas com água destilada, durante 60 segundos e secas com ar durante 15 segundos. De seguida, as amostras foram sinterizadas em forno ZYrcomat (VITA®, Zahnfabrik, Alemanha) com ciclo e sinterização de 1530ºC durante 2 horas, taxa de aquecimento de 25ºC/min e tempo de arrefecimento de 7,5 horas, conforme a recomendação do fabricante (Figura 6).

No grupo GAT, as amostras foram sinterizadas antes do tratamento de superfície. Os grupos experimentais G50A, G100A, G300A e G600A, cuja superfície foi tratada com o laser de Er:YAG nos parâmetros anteriormente descritos, e numa fase pre-sinterizada, só receberam a silicatização após a sinterização final das amostras.

Este passo foi determinado através de resultados obtidos num teste piloto feito previamente. Nesse teste comprovou-se que, quando os dois tratamentos de superfície combinados (laser de Er:YAG + silicatização) foram realizados na fase pré-sinterizada, seja um ou outro tratamento,

removeram grande parte da topografia gerada pelo primeiro, pois a Zircónia neste estado apresenta menor dureza. Desta forma, optou-se por realizar numa primeira fase pré-sinterizada a irradiação com o Laser de Er:YAG, devido a maior interação com a superfície. De seguida, após a sinterização final do material, procedeu-se a silicatização desses grupos, combinando assim os dois tratamentos.

Figura 6 - Forno ZYrcomat utilizado para sinterizar as amostras de Y-TZP

2.5 Análise Morfológica por Microscopia Eletrónica de Varrimento

Com o intuito de estudar as características morfológicas de superfície, as amostras de cada grupo experimental foram preparadas para análise mediante microscopia eletrónica de varrimento. As amostras foram desidratadas em uma estufa a 37^{o}C por 24 horas, e metalizadas com ouro (MED 010, Balzers®, BAL-TEC, Furstentum, Liechtenstein) a 39 mA por 160 segundos, com espessura de recobrimento entre 25-30 nanómetros.

O microscópio eletrónico de varrimento (modelo LEO-430) do laboratório de Biologia Oral da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo com 10.00 kV foi utilizado para obter as microfotografias. A ampliação utilizada foi de 1000 e 7500 vezes (x), permitindo realizar uma avaliação qualitativa dos diferentes efeitos dos tratamentos de superfície aplicados.

3. Resultados

Após efetuar todos os procedimentos anteriormente descritos, procedeu-se a caracterização morfológica da superfície do material, realizando uma comparação das alterações causadas pelos tratamentos de superfície através de uma análise qualitativa das imagens obtidas por Microscopia Eletrónica de Varrimento (MEV).

3.1 Análise Morfológica por Microscopia Eletrónica de Varrimento

As microfotografias foram obtidas com ampliação de 1000x e 7500x. As imagens mais representativas de cada grupo experimental encontram-se apresentadas da Figura 7 até a Figura 17. A análise morfológica dos efeitos dos tratamentos de superfície propostos demonstrou que todos os parâmetros testados foram capazes de modificar a superfície da Y-TZP, no entanto com características diversas.

Para uma melhor percepção dos resultados, procedeu-se a uma descrição individual para cada tratamento de superfície utilizado.

3.1.1 Sem Tratamento de Superfície

O grupo controle (GC) apresentou uma topografia plana, apenas com as marcas do disco de corte, havendo alguns vestígios de riscos rasos, causados pela lixa abrasiva, durante a padronização das superfícies (Figura 7).

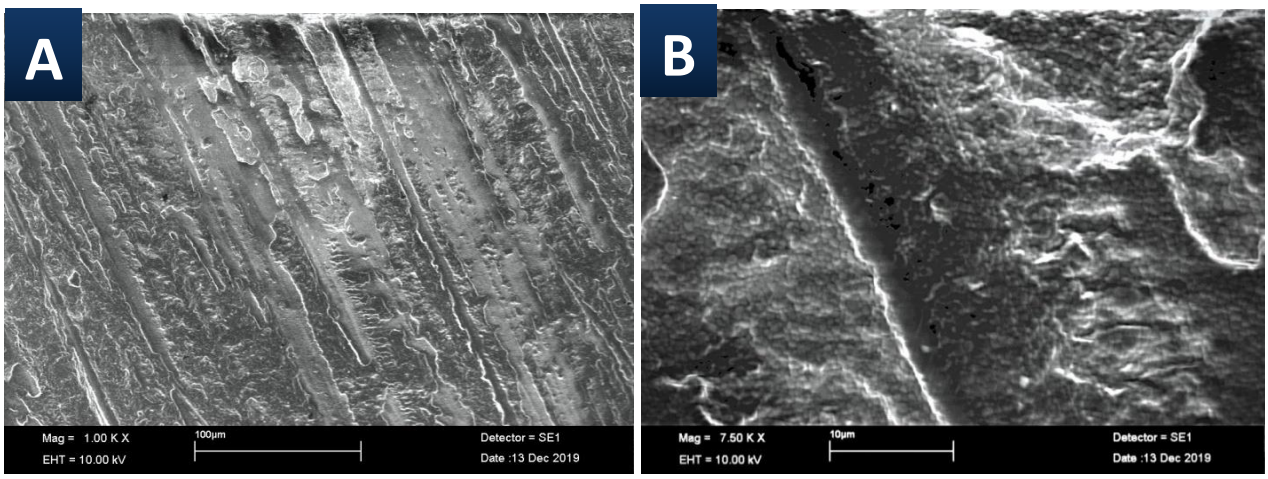

Figura 7 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GC, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Sem alteração morfológica significativa, a superfície apenas apresenta a marca do disco de corte e ranhuras das lixas utilizadas.

3.1.2 Irradiação com o Laser de Er:YAG

A avaliação executada pelo MEV indicou que a irradiação da superfície de Y-TZP na fase pré-sinterizada, com o laser de Er:YAG, provocou uma alteração topográfica, independentemente da amplitude do pulso aplicada. Os parâmetros testados promoveram uma ablação efetiva para todos os grupos experimentais. Inclusivamente, observou-se uma superfície irregular, sem fissuras ou carbonização.

Os grupos GL50, GL100, GL300 e GL600 apresentaram uma superfície com irregularidades, as quais se assemelhavam a uma sucessão de ondas, mais notáveis nos grupos de menor amplitude de pulso (50μs e 100 μs), contudo, de menor dimensão (Figura 8 e 9). Desta forma, quanto maior fosse a amplitude de pulso, maior a dimensão de cada uma das ondas geradas, ampliando o tempo de contato entre a energia e a superfície da Y-TZP. Nos grupos GL300 e GL600 ainda foi possível observar uma área de rugosidade difusa (Figura. 10 e 11). A superfície estava intercalada com regiões, que se assemelhavam à parte da superfície do grupo controle (GC), o que poderia indicar que o parâmetro utilizado com essa amplitude de pulso, poderia não ser suficiente para promover irregularidades na totalidade da área que se pretendia tratar com esta técnica.

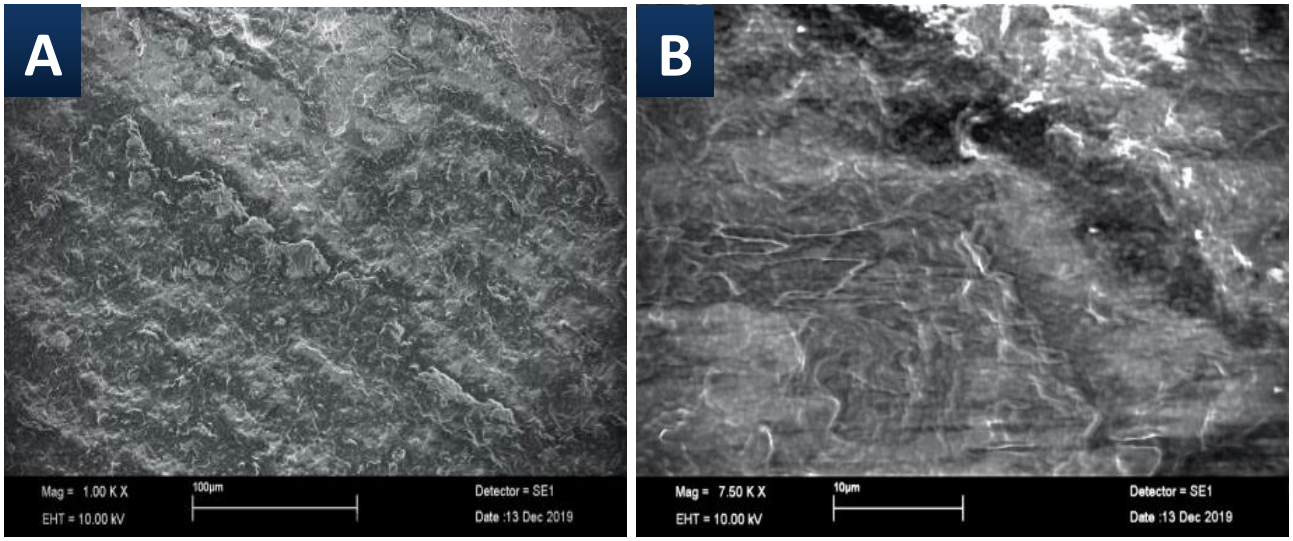

Figura 8 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL50, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). A irradiação com amplitude de pulso de 50 μs promoveu uma superfície irregular que se assemelhavam a uma sucessão de ondas.

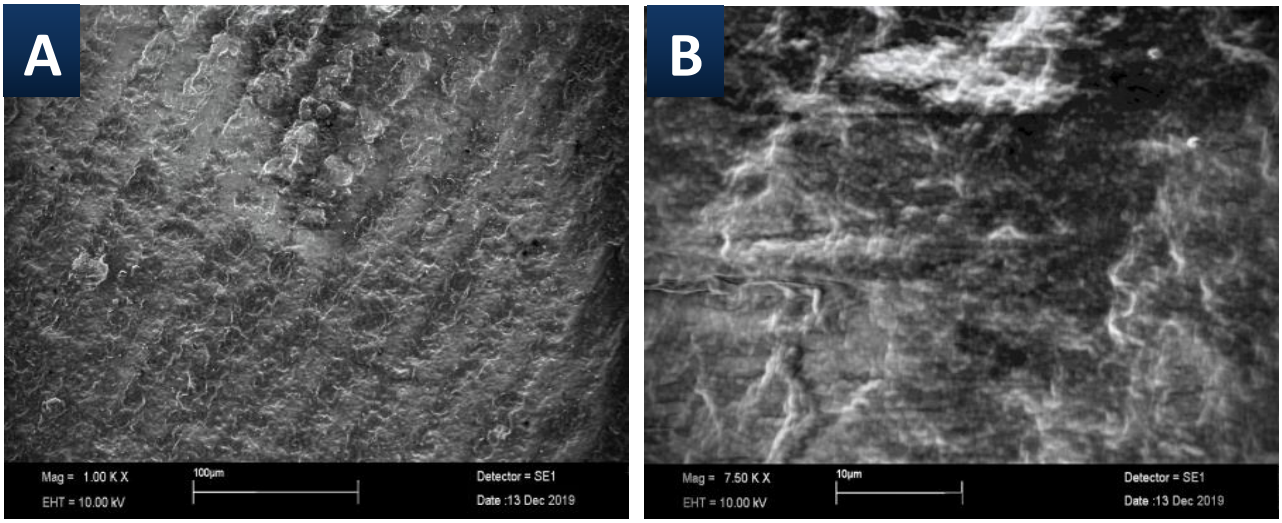

Figura 9 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL100, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). A irradiação com amplitude de pulso de 100 µs promoveu uma modificação superficial da Zircónia, com caracteristicas que se assemelhavam a uma sucessão de ondas, em maior numero, e com vales mais profundos, quando comparadas com as do o Grupo GL50.

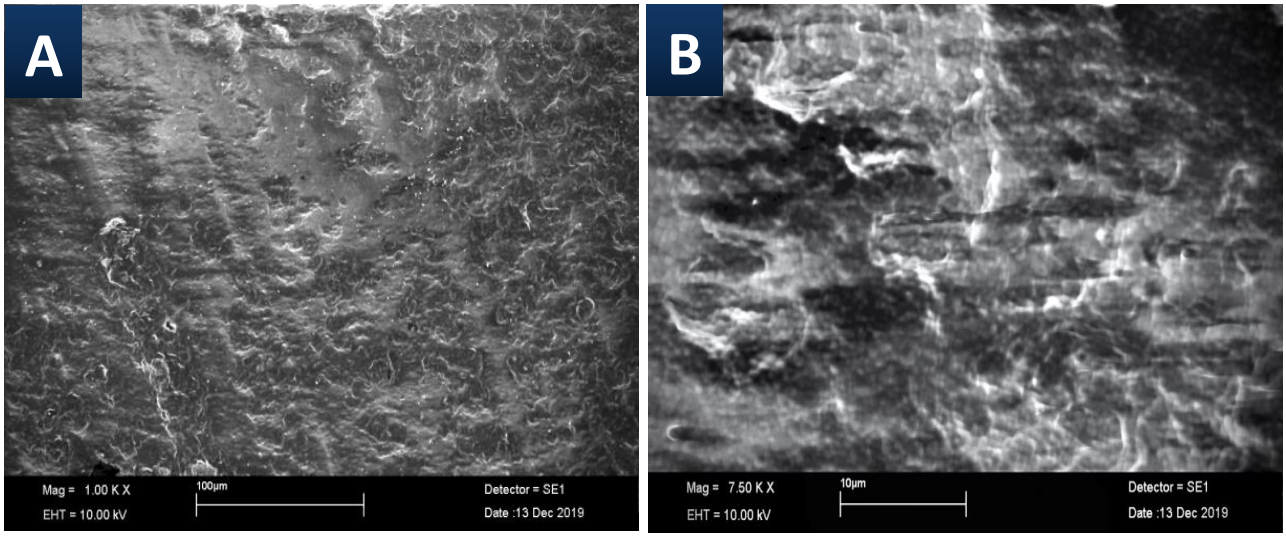

Figura 10 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL300, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). A irradiação promoveu irregularidades na superfície da Zircónia, mesmo assim, a amplitude de pulso de 300 µs paraceu desviar-se da formação de ondas como ocorreu nos grupos GL50 e GL100.

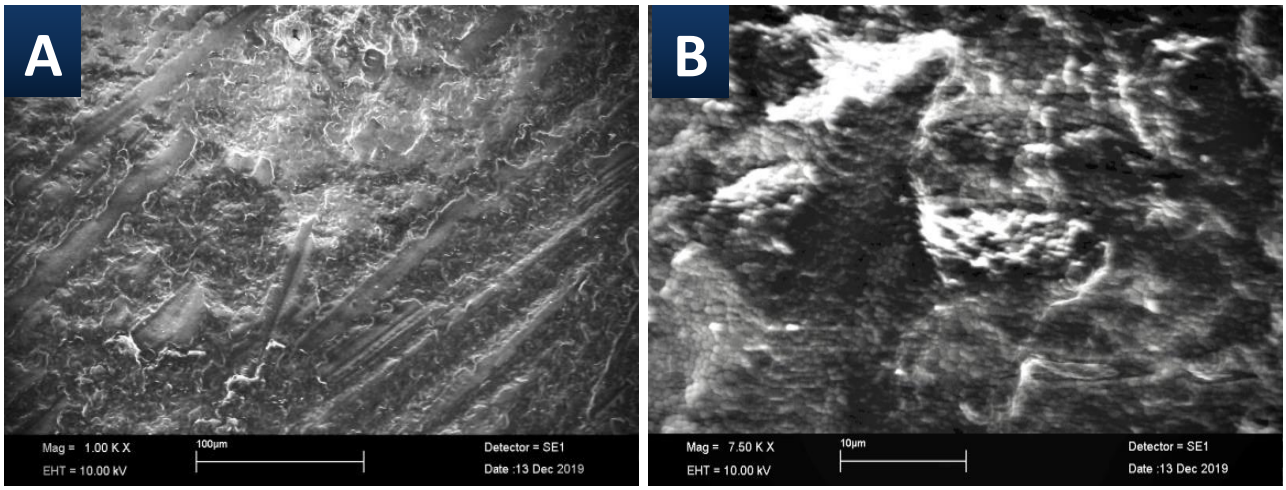

Figura 11 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GL600, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Presença de uma superfície áspera. Contudo, subsistiu alguma topografia semelhante à do grupo GC.

3.1.3 Abrasão Triboquímica – Sistema Rocatec

No grupo GAT (Figura 12) foi possível observar um padrão superficial uniforme, com vales poucos profundos e com micro-irregularidades retentivas homogéneas, portanto uma superfície mais rugosa em comparação com a superfície do grupo controle (GC), sem tratamento.

Por outro lado, no grupo GNAT (Figura 13) a topografia apresentou-se com muitas irregularidades, muito diferente quando comparada com o grupo GAT.

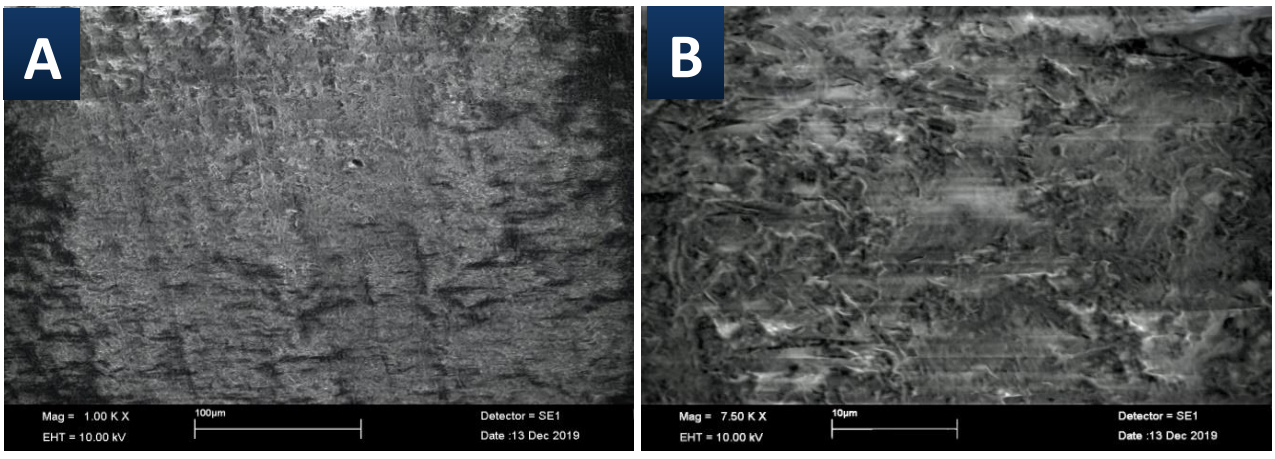

Figura 12 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GAT, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Superfície áspera com um padrão homogéneo.

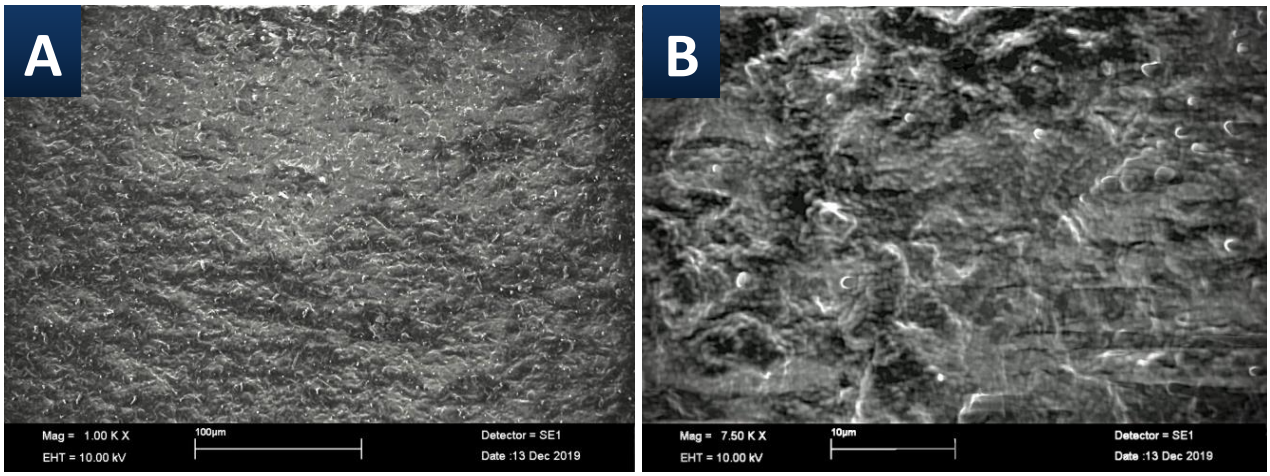

Figura 13 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo GNAT, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Foi possível observar uma morfologia rugosa e com irregularidades mais marcadas quando comprada com o grupo GAT.

3.1.4 Irradiação com o Laser de Er:YAG + Silicatização

Nos grupos G50A, G100A, G300A e G600A, nos quais se combinaram os dois tratamentos de superfície (irradiação com Laser de Er;YAG na fase pré-sinterizada e silicatização pós-sinterização), observou-se uma superfície com irregularidades diferentes dos demais grupos experimentais (Figuras 14, 15, 16 e 17). Verificou-se que as superfícies eram mais ásperas e homogéneas, com alguma similaridade a superfície do grupo GAT (Figura 12), mas com micro-irregularidades retentivas mais dispersas.

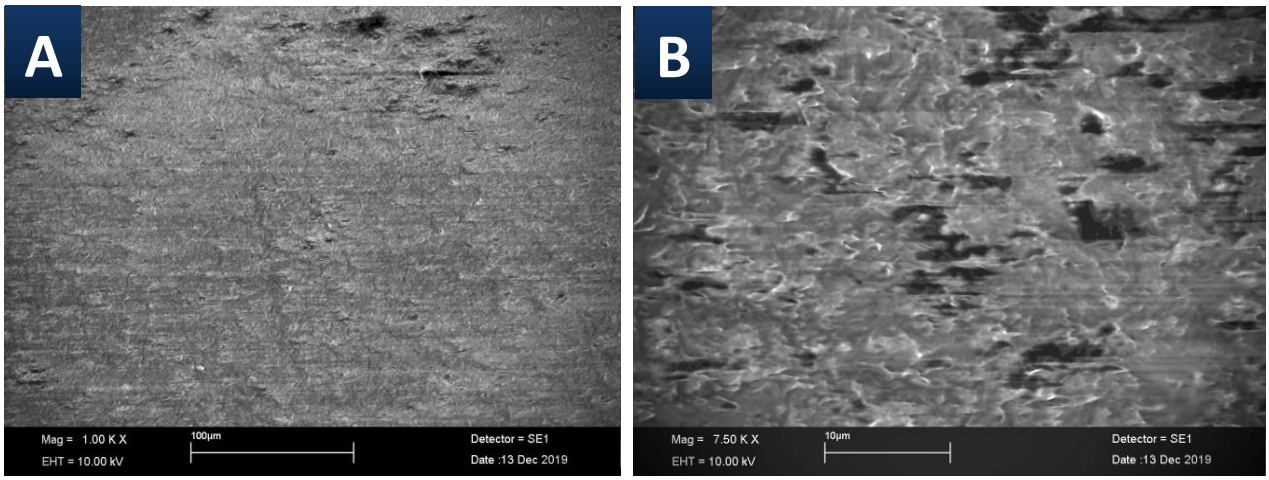

Figura 14 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G50A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Superfície com micro-irregularidades e padrão homogéneo.

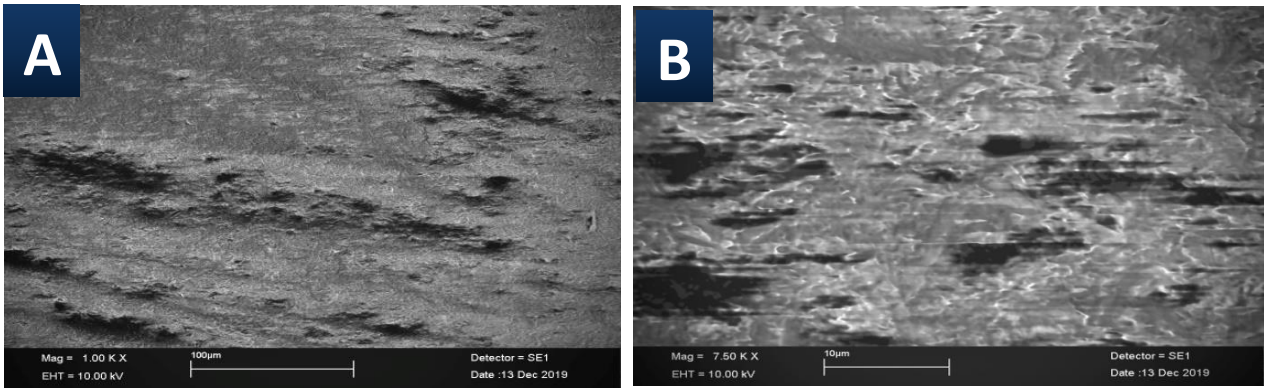

Figura 15 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G100A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Superfície áspera com padrão menos homogéneo quando comparada com a superfície do grupo G50A.

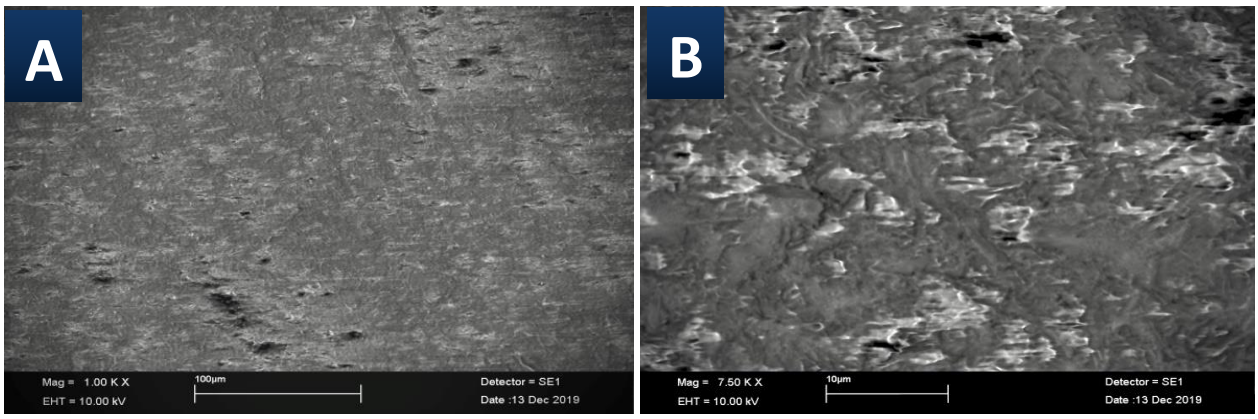

Figura 16 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G300A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Superfície com algumas irregularidades, mas com um padrão mais liso quando comparado com os outros grupos que receberam os dois tratamentos de superfície.

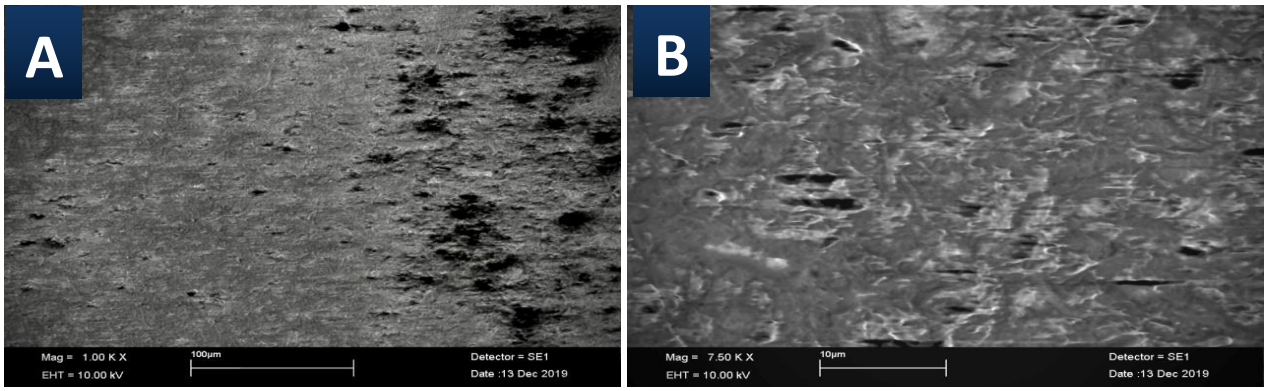

Figura 17 – Microfotografias de MEV da superfície de Y-TZP do grupo G600A, com uma ampliação de 1000x (A) e 7500x (B). Uma superfície muito áspera e homogénea é observada sendo a mesma muito diferente a morfologia de qualquer outro grupo experimental.

4. Discussão

O sucesso de uma restauração indireta confeccionada com cerâmica a base de Zircónia é evidenciada quando ocorre uma boa adesão entre o substrato e os cimentos resina. Uma adesão adequada permite uma melhor retenção e selamento marginal da peça protética, evitando a microinflintração e consequente aparecimento de cárie secundária. Com o intuito de auxiliar o processo de adesão e a durabilidade do tratamento restaurador com peças protéticas de Zircónia, sugere-se a realização de tratamentos de superfície. O tratamento ideal deve gerar uma superfície rugosa e, consequentemente, aumentar a energia de superfície, sem danificar a microestrutura do material. Desta forma, o tratamento deve promover retenções micromecânicas e uma melhor interação com o agente cimentação.

Diversos métodos têm vindo a ser utilizados para avaliar os efeitos dos tratamentos de superfície da Zircónia. O presente estudo realizou uma avaliação qualitativa por microscopia eletrónica de varrimento, que tem a capacidade de produzir imagens de alta resolução da estrutura superficial[31], permitindo avaliar as características morfológicas das amostras de Zircónia após os tratamentos de superfície efetuados.

Os estímulos térmicos e mecânicos, como por exemplo, provocados durante o tratamento de superfície da Y-TZP após a sinterização final, pode gerar uma transformação da fase dos cristais da Zircónia. No caso da Y-TZP esses estímulos provocam transformação da fase tetragonal para a fase monoclínica[10,32]. Os cristais monoclínicos ocupam um volume de 3 a 5% superior relativamente aos cristais tetragonais[33]. Consequentemente, a expansão volumétrica cria uma superfície de tensão compressiva, que pode resultar em tensões internas e possíveis micro-fissuras[4,34,35]. Esses defeitos afetam as características mecânicas, como resistência e dureza, reduzindo o sucesso clínico a longo prazo das restaurações a base de Zircónia[36-38]. Neste contexto, o presente estudo teve em consideração a fase na qual se realizou o tratamento de superfície da Y-TZP, antes ou após a sua sinterização final.

Diferentes trabalhos propuseram a possibilidade de realizar os tratamentos de superfície da Y-TZP na fase pré-sinterizada[27,28,39]. O objetivo proposto consistia em que, após a sinterização final, todos os cristais ficassem na forma tetragonal[40], além de evitar a formação de fissuras e/ou carbonização no material[29,30], permitindo uma cerâmica com melhores propriedades mecânicas[41].

A decisão de realizar os tratamentos de superfície na fase pré-sinterizada partem do principio que, após a sinterização final do material, o impacto das partículas utilizadas na silicatização, e as mudanças de temperatura causada pela irradiação com o laser de elevada potência na superfície da Zircónia, originam efeitos residuais na superfície que podem levar à transformação da fase tetragonal para monoclínica, sendo capaz de comprometer a integridade do material a longo prazo[42]. Na fase pré-sinterizada, a Y-TZP não exibe elevada dureza, permitindo que os tratamentos tenham uma maior interação com a superfície e permitindo a transformação reversa dos cristais após a sinterização final[27,40]. Desta forma, este estudo considerou que os tratamentos com o laser de Er:YAG deveriam ser aplicados na fase pré-sinterizada da Y-TZP. Por outro lado, a silicatização, após a sinterização final da Y-TZP de forma a evitar excessiva perda de material como ocorre, quando realizado numa fase pré-sinterizada[43].

Como método alternativo, o laser de elevada potência tem sido sugerido para melhorar a resistência adesiva entre os cimentos resina e as restaurações a base de Zircónia. Dos diferentes tipos de lasers de elevada potência disponíveis, o laser de Er:YAG tem sido dos mais recomendados para ser utilizado como tratamento de superfície da Y-TZP[17,18,23]. As micro-explosões geradas pelo mecanismo de ablação durante a irradiação do substrato[44], permite alterar as suas características morfológicas, aumentando a energia de superfície e melhorando as condições para a adesão entre a Y-TZP e o agente cimentação[21,45]. Esta alteração superficial está dependente das metodologias utilizadas. Na literatura, já foram testados diferentes parâmetros para alterar a morfologia superficial da Y-TZP com este tipo de laser. Mesmo assim, a grande variedade de estudos têm evidenciado resultados controversos no que diz respeito à eficácia como tratamento de superfície. Alguns estudos concluíram que a irradiação é favorável, criando retenções micromecânicas na superfície do material[22,24]. Contudo, outros demonstraram resultados desfavoráveis[17], ou ainda, relataram não encontrar alguma alteração morfológica significativa quando a superfície foi irradiada[23]. A diversidade dos resultados pode estar refletida nos diferentes parâmetros utilizados.

Assim sendo, os parâmetros utilizados neste estudo foram escolhidos através da execução de um teste piloto, com base na literatura[17,23,24,43]. A seleção dos parâmetros do laser tornou-se num desafio e ponto fundamental para o sucesso deste estudo. De acordo com a literatura, o uso de lasers pode promover carbonização, falhas[17] ou comprometimento da microestrutura da Y-TZP[43], resultados que devem ser evitados para o sucesso reabilitador da peça protética. Inicialmente, foram testados quatro parâmetros de densidade de energia (DE), sendo examinada a eficácia dos mesmos: 13,36 J/cm², 35,82 J/cm² e 64,35 J/cm² e 89,12 J/cm² com amplitudes de pulso de 50,100, 300, 600 µs. Os parâmetros foram testados em Y-TZP sinterizada. Os dois últimos parâmetros provocaram

fissuras e carbonização do material, sendo assim excluídos. A densidade de energia de 35,82 J/cm² e 13,36 J/cm², não geraram qualquer alteração morfológica na superfície da Y-TZP sinterizada. Tendo isto em conta, passamos a testar estas duas densidades de energia (DE), em Y-TZP pré-sinterizada. O parâmetro de DE 35,82 J/cm², em todas as amplitudes de pulso testadas, resultou em grande perda de material, visível a olho nu, sendo então descartado. Por último, testou-se o parâmetro de DE 13,36 J/cm². Recorrendo à literatura, verifica-se que existe uma concordância de resultados relativamente às densidades de energia abaixo de 25,48 J/cm², as quais, quando aplicada na fase pré-sinterizada da Y-TZP, resultam num aumento de rugosidade, sem alterações imediatas da integridade do material[24,43]. Consequentemente, o teste piloto com 85 mJ de energia e densidade de energia (DE) de 13,36 J/cm² resultou no parâmetro mais seguro, por promover alterações morfológicas favoráveis, sem efeitos contraproducentes como fissuras ou carbonização da Y-TZP. Assim sendo, tendo em conta os resultados do teste piloto e a literatura existente, esta configuração de energia, com diferentes amplitudes de pulso, foi utilizada em todos os grupos experimentais irradiados pelo laser de Er:YAG deste estudo.

A maioria dos diferentes estudos que utilizaram o laser como tratamento de superfície da Y-TZP[17,18,,20,23] irradiaram a superfície da Zircónia sem empregar equipamentos que regulem a amplitude de pulso. Neste contexto, o presente estudo utilizou um equipamento capaz de controlar esse fator, ajustando os parâmetros da forma mais adequada.

A alteração da duração do pulso modifica o pico de potência e seus efeitos na superfície do material. Desta forma, a amplitude de pulso está diretamente relacionada com a capacidade de ablação e efeitos térmicos provocados no substrato. Alguns estudos demonstraram que pulsos curtos (50 µs) diminuem o tempo efetivo de irradiação, pois permitem atingir de forma mais rápida a energia necessária para o processo de ablação[46,47]. Como resultado, existe menor probabilidade de carbonizar ou formar fissuras no material, devido à menor geração de calor. Os resultados apresentados nesta nossa monografia validam estes fundamentos, uma vez que, através do controle da largura de pulso, e analisando as imagens obtidas por MEV dos grupos que receberam irradiação com o laser de Er:YAG, não foi possível observar fissuras e/ou carbonização do material. Além disso, os grupos GL50 e GL100, que foram irradiados com pulsos menores (50 e 100 µs) provocaram uma alteração morfológica significativa da área irradiada, quando comparada com os grupos irradiados com pulsos maiores (GL600 - 600 µs e GL300 - 300 µs), cujas superfícies possuíam regiões sem alterações e outras com pouca rugosidade. Os resultados podem dever-se ao fato que pulsos menores provocam uma ablação rápida e, por tanto, total. Hipóteses[24,43] para a

diminuição da rugosidade podem ser os arrefecimentos excessivos da superfície do material, resultando em áreas com pouca ou nenhuma alteração.

Os estudos de Silva et al.[43] utilizaram o laser de Er:YAG para irradiar Y-TZP no estado pré-sinterizado, com equipamentos capazes de regular a amplitude de pulso. Os resultados demonstraram superfícies com irregularidades notáveis na superfície da Y-TZP, quando comparado ao grupo controle negativo (sem tratamento) e positivo (jateamento), sem geração de fissuras na superfície. Estes resultados estão de acordo com os do presente estudo, uma vez que analisando a morfologia nas imagens obtidas em MEV dos grupos experimentais, que só receberam irradiação com o laser de Er:YAG, apresentaram uma superfície com morfologia e rugosidade favoráveis para o processo de adesão. Assim, acreditamos que realizar o tratamento de superfície, com o laser de Er:YAG na fase pré-sinterizada da Zircónia, possa ser uma alternativa para evitar os efeitos termomecânicos negativos do laser no material.

Atualmente, a abrasão triboquímica ou silicatização (Cojet ou Rocatec) é o tratamento de superfície considerado *Gold Standard* para a superfície de cerâmicas policristalinas, como a Y-TZP, após a sua sinterização final[10,13,14]. O método consiste no jateamento da superfície do material com partículas de Óxido de Alumínio (Al_2O_3) revestidas por Sílica (SiO_2)[19]. Desta forma, este tratamento além de gerar retenções micromecânicas na superfície, torna a superfície da Y-TZP quimicamente reativa ao silano aplicado posteriormente, possibilitando uma melhor adesão aos cimentos resina. O jateamento pode ser feito com partículas de Óxido de Alumínio (Al_2O_3) revestidas por Sílica (SiO_2), de diferentes tamanhos, 30 ou 110 µm. Este tratamento foi utilizado neste estudo para constituir o grupo GAT, GNAT e os grupos que receberam dois tratamentos de superfície (Laser ER:YAG + Silicatização).

Analisando as microfotografias obtidas pelo MEV, o grupo GAT apresentou uma topografia mais homogénea quando comparado com os grupos irradiados com o laser de Er:YAG e com o grupo GNAT, os quais apresentaram muitas irregularidades. A diferença de rugosidade mais notável nos grupos que foram tratados na fase pré-sinterizada, já era esperada, considerando a menor dureza da Zircónia e maior interação dos tratamentos antes da sinterização final deste material.

Alguns estudos têm combinado tratamentos de superfície como a silicatização e irradiação com lasers de elevada potencia[39,47], de forma a tentar conseguir uma superfície com características físico-químicas que promovam uma resistência de união durável entre o cimento resina e as

restaurações a base de Zircónia. Mesmo assim, a literatura mostra que os estudos que combinam estes dois tratamentos de superfície, realizam ambos os condicionamentos numa só fase.

Como apresentado anteriormente, quando a silicatização é realizada em Y-TZP no estado pré-sinterizado, pode ocorrer perda de volume significativa. Por outro lado, a irradiação com o laser de Er:YAG após a sinterização final, pode provocar carbonização ou formação de fissuras no material. O presente estudo optou por realizar os tratamentos anteriormente mencionados em duas fases diferentes, uma vez que, a Y-TZP apresenta menor densidade na fase pré-sinterizada, e maior após a sua sinterização final[40]. Assim sendo, e não existindo nenhum outro trabalho que realizasse combinação de tratamentos em estados diferentes da Y-TZP, a irradiação com o laser de Er:YAG nos parâmetros escolhidos foi feita no estado pré-sinterizado, obtendo uma maior interação com a superfície cerâmica. Por outro lado, a silicatização foi realizada após sinterização final do material permitindo incorporar Sílica na superfície, sem grandes perdas de material durante o condicionamento da superfície. Desta forma, foi possível preservar parte das alterações morfológicas de cada tratamento de superfície, pois através de um teste piloto executado, quando realizados ao mesmo tempo os dois tratamentos numa fase, apenas uma alteração prevaleceria. Os grupos que combinaram os dois tratamentos resultaram em superfícies mais ásperas, muito diferentes aos dos outros grupos experimentais.

Em síntese, os resultados obtidos neste estudo permitem sugerir que a fase da Y-TZP, na qual se realizem os tratamentos de superfície, pode condicionar o efeito e eficácia de tal tratamento. A regulação da amplitude de pulso durante a irradiação com o laser de Er:YAG na superfície da Y-TZP, mesmo com DE baixas (13,36 J/cm^2), tem efeitos sobre as características morfológicas no estado pré-sinterizado do material. A abrasão triboquímica realizada no estado pré-sinterizado, apesar de gerar uma superfície rugosa, é muito diferente da morfologia observada, quando realizada após a sinterização final. Além disso, a combinação de tratamentos de superfície como o laser de Er:YAG e a silicatização, sob os parâmetros utilizados neste estudo, revelaram ter um potencial para promover uma superfície na Y-TZP, favorável para o processo de adesão. Mesmo assim, com base nos resultados obtidos no presente estudo, novas investigações são necessárias de forma a esclarecer os efeitos destes tratamentos, isolados ou combinados, na resistência mecânica da cerâmica Y-TZP antes da sua sinterização final, além de estudos que avaliem a resistência adesiva entre Zircónia e o agente cimentação ao longo do tempo.

5. Conclusão

Dentro dos limites do presente estudo, pode-se concluir que:

1. No estado pré-sinterizado da Y-TZP, recomenda-se a irradiação com o laser de Er:YAG, com o protocolo utilizado, aplicando uma amplitude de pulso de 50 e 100 μs, pois foi capaz de promover uma superficie com irregularidades bem distribuidas na totalidade da área irradiada, sem causar carbonização ou formação de fissuras.

2. Sugere-se o tratamento combinado da superfície da Y-TZP com laser de Er:YAG na fase pré-sinterizada, seguido de silicatização após sinterização final do material, uma vez que promoveu uma superfície áspera com padrões microretentivos, além de incorporar Sílica na superfície, o qual favoreceria o processo de adesão após aplicação de Silano.

Assim, torna-se necessário a realização de estudos que analisem a perda de volume e rugosidade da Y-TZP, quando são aplicados este tipo de tratamentos de superfície aos parâmetros avaliados, além de determinar a eficácia dos mesmos, realizando testes que avaliem a resistência de união entre a Zircónia e os cimentos resina.

6. Referencias bibliográficas

1. Della Bona A, Cerâmicas: desenvolvimento e tecnologia. RFO UPF, Passo Fundo. 1996; 1(1):13-23.
2. Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. Cerâmica. 2008; 54(331):329-5.
3. Anusavice KJ. Recent developments in restorative dental ceramics. J Am Dent Assoc. 1993 Feb; 124(2): 72-4, 6-8, 80-4
4. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater. 2008 Mar; 24(3):299-307.
5. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: Key concepts for clinical application. Oper Dent. 2009 May- Jun;34(3):344-51.
6. Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LDS, Bonfante G, Rubo JH. Comportamento Biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. Cerâmica. 2010;56(338):148-55.
7. Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. São Paulo: Artes Médicas; 2009.
8. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to Zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? Dent Mater. 2011 Jan;27(1):71-82.
9. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to Zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. J Adhes Dent. 2015;(17):17–26.
10. Kern M, Wegner SM. Bonding to Zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater. 1998 Jan;14(1):64-71.
11. Vanderlei A, Passos SP, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Durability of adhesion between feldspathic ceramic and resin cements: effect of adhesive resin, polymerization mode of resin cement, and aging. J Prosthet Dent. 2013 Apr;22(3):196–202.
12. Wolfart M, Lehmann L, Wolfart S, Kern M. Durabillity of the resin bond strenght to Zirconia ceramic after using diferente surfasse conditioning methods. Dent Mater. 2007 Jan;23(1):45-50
13. Akyıl MS, Uzun IH, Bayındır F. Bond Strength of Resin Cement to Yttrium- Stabilized Tetragonal Zirconia Ceramic Treated with Air Abrasion, Silica Coating, and Laser Irradiation. Photomed Laser Surg. 2010 Dec;28(6):801-8.

14. Ozcan M, Cura C, Valandro LF. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. Odontology. 2011 Jan;99(1):62–7.
15. Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Ozcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with diferente particles using microstructural analysis. Aust Dent J. 2013 Jun;58(2):183–191.
16. Abi-Rached FO, Martins SB, Campos JA, Fonseca RG. Evaluation of roughness, wettability, and morphology of an Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal ceramic after different airborne-particle abrasion protocols. J Prosthet Dent. 2014 Dec;112 (6):85-91.
17. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. Photomed and Laser Surg. 2009, 27(3): 473-479.
18. Liu Q, Shao L, Hu C, Deng B, Yi Y, Wen N. Mechanical properties of Y-TZP ceramic after different surface treatments. Key Eng Mater [cited 2020 Mar 13]. 2012; 492:71-4. Disponível em: https://www.scientific.net/KEM.492.71
19. Erdem A, Akar GC, Kose T. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. OperDent. 2014 May;39(3):E118-E127.
20. Subaşı MG, İnan O. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of Zirconia after different surface treatments. Lasers Med Sci. 2012 Jul;27(4):735–42.
21. Akın H, Ozkurt Z, Kırmalı O, Kazazoglu E, Ozdemir AK. Shear bond strength of resin cement to Zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. Photomed Laser Surg. 2011 Dec;29(12):797-802.
22. Kasraei S, Rezaei-Soufi L, Heidari B, Vafaee F. Bond strength of resin cement to CO_2 and Er:YAG laser- treated Zirconia ceramic. Restor Dent Endod. 2014 Nov;39(4):296-302.
23. Demir N, Subaşı MG, Ozturk N. Surface roughness and morphologic changes of Zirconia following different surface treatments. Photomed Laser Surg. 2012 Jun;30(6):339-45.
24. Turp V, Akgungor G, Sen D, Tuncelli B. Evaluation of Surface Topography of Zirconia Ceramic After Er:YAG Laser Etching. Photomed and Laser Surg. 2014 Oct;32(10):533-9.
25. Bahrami B, Askari N, Tielemans N, Heysselaer D, Lamard L, Peremans A et al. Effect of low fluency dentin conditioning on tensile bond strength of composite bonded to Er:YAG laser-prepared dentin: a preliminary study. Lasers Med Sci. 2011 Mar;26(2):187-91.
26. Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. J Prosthet Dent. 2015 Mar;113(3):212-9.

27. Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. J Prosthet Dent. 2011 Feb;20(2):97-100.
28. Moon J-E, Kim S-H, Lee J-B, Ha S-R, Choi Y-S. The effect of preparation order on the crystal structure of Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. Dent Mater. 2011 Jul;27(7):651-7.
29. Silva AV. Avaliação dos diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização [PhD Thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo; Faculdade de Odontologia; 2011.
30. Kirmali O, Kustarci A, Kapdan A. Surface roughness and morphologic changes of zirconia: Effect of different surface treatment. Nigeri Clini Pract. 2015 Jan-Feb;18(1):124-9.
31. Whitehead AS, Shearer AC, Watts DC, Wilson NH. Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. J Oral Rehabil. 1995 ;22(6):421-7.
32. R. C. Garvie, R. H. J. Hannink, N. A. McKinnon, Partially stabilized zirconia ceramics, US Patent 4.279.655, 1981.
33. Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO_2-Y_2O_3 solid electrolyte after aging. Solid State Ionics 1981 Aug; 3:489–93.
34. Kim JW, Covel NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM Zirconia. J Dent Res. 2010 Jan;89(1):91–5.
35. Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LVJ. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. J Mech Behav Biomed Mater. 2014 Sep;37:78–87.
36. Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of Zirconia and implications for biomedical implants. Annu Rev Mater Res. 2007;37:1–32.
37. Deville S, Chevalier J. Martensitic relief observation by atomic force microscop in Yttria-stabilized Zirconia. J Am Ceram Soc. 2003;86(12):2225–7.
38. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. Biomaterials. 2006;27(10):2186–92.
39. Kirmali O, Akin H, Kapdan A. Evaluation of the surface roughness of Zirconia ceramics after different surface treatments. Acta Odontol Scand. 2014 Aug;72(6):432-9.
40. Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. J Dent. 2013 Feb;41(2):121-6.
41. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1.Discovering the nature of an upcoming bioceramic. Eur J Esthet Dent. 2009 ;4(2):130-51.

42. Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu BY, Simsek I, Parlar O, Sari T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. Lasers Med Sci. 2013 Jan;28(1):259–266.
43. Silva BTF, Cesar PF, Freitas PM, Palma-Dibb R. Three-dimensional profilometric assessment of Er:YAG laser irradiated unsintered zirconia. J Mater Sci. 2016;51:7266-75.
44. Coluzzi DJ. Fundamentals of dental lasers: Science and instruments. Dent Clin N Am. 2004 Oct;48(4):751–70.
45. Akin H, Tugut F, Akin GE, Guney U, Mutaf B. Effect of Er:YAG laser application on the shear bond strength and microleakage between resin cements and Y-TZP ceramics. Lasers Med Sci. 2012 Mar;27(2):333–8.
46. Staninec M, Gardner AK, Le CQ, Sarma AV, Fried D. Adhesion of composite to enamel and dentin surfaces irradiated by IR laser pulses of 0.5–35 micros duration. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2006 Oct;79(1):193–201.
47. Abdullah AO, Hui Y, Sun X, Pollington S, Muhammed FK, Liu Y. Effects of different surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic materials to zirconia. J Adv Prosthodont. 2019 Feb;11(1):65-74.

7. ANEXOS

Anexo I

Declaração de autoria do trabalho apresentado

U.PORTO

FACULDADE DE
MEDICINA DENTÁRIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

DECLARAÇÃO

Monografia de Investigação

Declaro que o presente trabalho, no âmbito da Monografia de Investigação, integrado no Mestrado Integrado em Medicina Dentária, da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto, é da minha autoria e todas as fontes foram devidamente referenciadas.

Porto, 14 de Maio de 2020.

O Investigador

Brayan Freitas

Brayan José Da Silva Freitas

Anexo II

Parecer do Orientador para entrega definitiva do trabalho apresentado

U.PORTO

FACULDADE DE
MEDICINA DENTÁRIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

PARECER

Declaro que o Trabalho de Monografia desenvolvido pelo estudante Brayan José Da Silva Freitas, do 5º ano do Curso de Mestrado Integrado em Medicina Dentária da FMDUP, subordinado ao tema. "Estudo de caracterização de superfície de Zircónia pré-sinterizada tratada com silicatização e diferentes amplitudes do laser de Er: YAG" se encontra de acordo com as reglas estipuladas pela Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto.

Mais informo que o referido trabalho, foi por mim conferido e se encontra em condições de ser apresentado em provas públicas.

Porto, 14 de Maio de 2020.

O Orientador

Paulo Francisco Cesar

(Professor Associado II do Departamento de Biomateriais
e Biologia Oral da Faculdade de Odontologia da
Universidade de São Paulo)

Anexo III

Parecer do Coorientador para entrega definitiva do trabalho apresentado

U.PORTO

FACULDADE DE
MEDICINA DENTÁRIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

PARECER

Venho declarar que o trabalho de Disertação de Monografia, desenvolvido pelo estudante Brayan José Da Silva Freitas, do 5º ano do Curso de Mestrado Integrado em Medicina Dentária da FMDUP, intitulado "Estudo de caracterização de superfície de Zircónia pré-sinterizada tratada com silicatização e diferentes amplitudes do laser de ER: YAG" se encontra de acordo com as regras estipuladas pela Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto.

Mais informo que o referido trabalho, foi por mim conferido e reúne condições de ser apresentado em provas públicas.

Porto, 13 de Maio de 2020

A Coorientadora

Paula Cristina dos Santos Vaz Fernandes

(Professora Auxiliar com Agregação da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto)