



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
NÍVEL DOUTORADO - ÁREA DE CONCENTRAÇÃO - IMPLANTODONTIA

EDWIN ANDRÉS RUALES CARRERA

COMPORTAMENTO ADESIVO DE UMA ZIRCÔNIA DE ALTA
TRANSLUCIDEZ APÓS TRATAMENTOS CONVENCIONAIS E
MICROESTRUTURAÇÃO DE SUPERFÍCIE COM LASER ND:YAG

Florianópolis

2022

EDWIN ANDRÉS RUALES CARRERA

COMPORTAMENTO ADESIVO DE UMA ZIRCÔNIA DE ALTA
TRANSLUCIDEZ APÓS TRATAMENTOS CONVENCIONAIS E
MICROESTRUTURAÇÃO DE SUPERFÍCIE COM LASER ND:YAG

Tese submetida ao Programa de Pós Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina como um dos requisitos para a obtenção do Título de Doutor em Odontologia – Área de Concentração Implantodontia.

Orientadora: Profa. Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato
Co-orientador: Prof. Dr. Óscar Samuel Novais Carvalho

Florianópolis

2022

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

Ruales-Carrera, Edwin Andrés
Comportamento adesivo de uma zircônia de alta
translucidez após tratamentos convencionais e
microestruturação de superfície com laser Nd:YAG / Edwin
Andrés Ruales-Carrera ; orientador, Cláudia Ângela Maziero
Volpato, coorientador, Oscar Samuel Novais Carvalho, 2022.
112 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro de Ciências da Saúde, Programa de Pós
Graduação em Odontologia, Florianópolis, 2022.

Inclui referências.

1. Odontologia. 2. Zircônia translúcida. 3. Adesão. 4.
Microestruturação à Laser. 5. Microtração. I. Maziero
Volpato, Cláudia Ângela. II. Carvalho, Oscar Samuel
Novais. III. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

EDWIN ANDRÉS RUALES CARRERA

COMPORTAMENTO ADESIVO DE UMA ZIRCÔNIA DE ALTA
TRANSLUCIDEZ APÓS TRATAMENTOS CONVENCIONAIS E
MICROESTRUTURAÇÃO DE SUPERFÍCIE COM LASER ND:YAG

O presente trabalho em nível de doutorado foi avaliado e aprovado por banca
examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof.^a Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Paulo Júlio Andrade de Almeida
Universidade de Porto – Porto, Portugal

Prof. Dr.-Ing. Márcio C. Fredel
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Cesar Augusto Magalhães Benfatti
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi
julgado adequado para obtenção do título de Doutor em Odontologia – Área de
Concentração Implantodontia.

Prof.^a, Dra. Mariane Cardoso
Coordenação do Programa de Pós-Graduação

Prof.^a Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato
Orientadora

Florianópolis, 2022

Dedico esse trabalho a Deus, pois nada seria possível sem ele.

Aos meus pais e irmãos por seu apoio imensurável, por serem meus grandes exemplos de vida.

A minha esposa Patrícia, por sempre acreditar em mim, mesmo quando eu não acreditava, e por se tornar minha outra metade para caminhar em direção aos nossos sonhos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter guiado o meu caminho e cuidado meus passos durante essa longa caminhada, definitivamente nada seria possível sem Ele.

Efésios 3:20-21

Aos meus pais Edwin e Miriam por todo o apoio e esforço que tem demonstrado desde que posso lembrar, também agradeço o exemplo deles e por todos os valores que souberam e sabem transmitir dia com dia.

Aos meus irmãos Miriam Valeria e Juan Carlos, por terem sido meus parceiros desde sempre, por terem me acompanhado em inúmeras aventuras e por hoje serem uma grande fonte de inspiração e orgulho. *Gracias por estar siempre!*

À minha esposa Patrícia, por ser uma peça determinante para eu ter alcançado este grande objetivo, por ter segurado minha mão desde o primeiro dia e por ter acreditado em mim ainda mais do que eu mesmo poderia ter feito. Agradeço a parceria e a companhia durante todos esses anos, também por cada palavra e gesto de amor, por ter feito que cada dia seja simplesmente maravilhoso. *Mi infinita gratitud para ti mi amor!*

Ao meu sogro Alcírio e meus cunhados Diego e Vanessa, por ter me acolhido dentro da família com tanto carinho e por terem se tornado tão especiais na minha vida.

À minha orientadora Cláudia Ângela Maziero Volpato, pelos ensinamentos e por todas as oportunidades que criou durante o meu tempo de Mestrado e Doutorado. Por ter acompanhado as minhas alegrias e dificuldades na universidade e por sempre me dar o seu suporte.

Ao meu coorientador Óscar Samuel Novais Carvalho, por ter me recebido em Portugal e ter tido a paciência de ensinar a um dentista inúmeras ferramentas e conceitos da engenharia para fazer possível este trabalho. Obrigado por ter feito que meus dias na Universidade do Minho sejam memoráveis.

Aos professores da Universidade do Porto, de maneira especial ao professor Paulo Júlio Andrade de Almeida, por ter compartilhado os seus conhecimentos com muita humildade e por ter me aberto as portas da sua clínica para fazer parte da metodologia do presente trabalho.

Aos professores do Centro de Ensino e Pesquisa em Implantes Dentários (CEPID), por fazer que eu me sentisse em família desde sempre, por ter sido mais do que meus professores, meus amigos. Por ter me permitido aprender tanto junto com vocês e terem se tornado meus grandes exemplos. Por mais que eu quisesse colocar em palavras todo meu agradecimento não seria possível, no entanto, saibam que levarei a bandeira do CEPID e da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) sempre comigo. Vocês mudaram a minha vida!

Aos amigos que o CEPID me permitiu conhecer no mestrado e no doutorado, por terem sido mais do que colegas, verdadeiros irmãos, que estiveram para me ensinar e apoiar sempre. Saibam que eu torço sempre por vocês!

À minha querida turma de doutorado, Fernanda Haverroth Schünemann, Karin Apaza Bedoya Koiyama, Maria Elisa Galárraga, Mariane Sordi e Renata Brum. Vocês são uma grande inspiração para mim. Obrigado por essa amizade e parceria sempre.

Aos meus caros amigos do Equador, Diego Arciniega, Diego Schmiedl, Jose Luis Viteri, Juan Riofrio e Luis Sánchez, pela parceria e por ter me acompanhado, mesmo a distância, durante todos estes anos.

À minha família no Equador, por ter estado presentes sempre. Tenho sentido seu carinho e apoio durante essa caminhada.

Aos pacientes e funcionários da UFSC, sem eles também não SERIA possível alcançar esse objetivo.

E finalmente, mas não menos importante, agradeço à UFSC por ter aberto as suas portas para um equatoriano que apesar de chegar “meio perdido” pretende levar o nome da UFSC onde estiver.

RESUMO

Introdução: o uso de zircônias é cada vez mais frequente na Odontologia, especialmente pela introdução de materiais com diferentes graus de translucidez. No entanto, apesar desses avanços tecnológicos, os desafios para alcançar uma adesão adequada desse material ao substrato dental ainda permanecem. Desta forma, tratamentos da superfície da zircônia têm sido recomendados para potencializar a sua interação adesiva ao substrato. Entre eles, o uso de lasers tem se mostrado uma alternativa viável para este fim, apesar de haver falta de consenso sobre seu uso. Mais recentemente, a microestruturação a laser foi proposta como uma estratégia aprimorada para controlar de maneira mais precisa os tratamentos de superfície. Porém, o uso dessa estratégia com o intuito de potencializar a união adesiva à superfície da zircônia ainda não tem sido amplamente estudada. Além disso, apesar do grande número de estudos sobre adesão à zircônia, o conhecimento sobre o comportamento adesivo de zircônias translúcidas ao substrato dental ainda é escasso na literatura.

Objetivo: avaliar a influência de diferentes configurações de microestruturação de superfície a laser, combinadas ou não com a deposição de sílica, no comportamento adesivo de uma zircônia de alta translucidez, em comparação com os tratamentos convencionais, antes e depois do envelhecimento por armazenamento em água, usando o teste de microtração (μ TBS).

Materiais e Métodos: espécimes de uma zircônia de alta translucidez foram tratados convencionalmente e por microestruturação de superfície a laser (Nd:YAG) resultando em 8 grupos: jateamento com óxido de alumínio (grupo AO), tratamento triboquímico (grupo T) e microestruturação a laser com diferentes parâmetros (grupo L100, grupo L30 e grupo L10). Espécimes adicionais dos grupos tratados com laser receberam deposição de sílica (SiO_2) por meio de recobrimento por imersão (grupo L100s, grupo L30s, grupo L10s). Após, todos os espécimes foram tratados com um primer com conteúdo de MDP e cimentados em blocos de resina com um cimento resinoso com MDP. Microbarras com 1 mm^2 (seção transversal) foram obtidos por secção. Metade das barras foram envelhecidas por meio de armazenamento em água por 365 dias. A resistência de união foi avaliada em um teste de microtração.

Resultados: dos 8 grupos, 7 puderam ser avaliados por microtração, com exceção do grupo L10s onde houve um 100% de falhas pré-teste. ANOVA um critério mostrou que os tratamentos de superfície influenciaram a resistência de união ($p < 0,001$). O grupo T apresentou os valores mais altos enquanto o grupo AO apresentou resultados comparáveis com os grupos tratados a laser. Os valores mais baixos foram os do grupo L100s. O envelhecimento não teve um efeito significativo na resistência adesiva para a maioria dos grupos experimentais com exceção dos grupos AO e L30 que mostraram uma redução significativa após o envelhecimento.

Conclusões: a microestruturação a laser da superfície da zircônia translúcida testada mostrou um comportamento adesivo comparável ao obtido com o jateamento com partículas de óxido de alumínio; no entanto, inferior ao do tratamento triboquímico. Uma resistência adesiva duradoura após o envelhecimento foi obtida para a maioria dos grupos testados. A deposição de sílica por recobrimento por imersão não levou a resultados adesivos superiores.

Implicações Clínicas: a microestruturação a laser da superfície da zircônia de alta translucidez parece ser uma alternativa viável para aumentar a adesão à superfície da zircônia; contudo, ainda não pode ser considerada superior aos tratamentos convencionais atualmente utilizados.

Palavras-chave: Zircônia; Translucidez; Laser; Nd:YAG; Microtração; Microestruturação.

ABSTRACT

Introduction: The use of zirconia is increasingly used in dentistry, especially with the development translucent options. Despite these developments, challenges to achieve adequate adhesion remain. Among the surface treatments recommended to enhance adhesive interaction, the use of lasers has been shown to be a viable alternative, however, there is still a lack of consensus about its use. More recently, laser surface microstructuring has been proposed as an improved strategy to precisely control surface treatments. However, the use of this strategy to enhance the adhesive bond to the zirconia surface has not been widely studied. Furthermore, despite the large number of studies on zirconia adhesion, the knowledge about the adhesive behavior of high-translucent zirconia is still limited.

Objective: To evaluate the influence of different laser surface microstructuring configurations combined or not with silica deposition on the adhesive behavior of high-translucent zirconia before and after water storage aging using the microtensile bond strength test (μ TBS) compared to conventional treatments.

Material and Methods: High-translucent zirconia specimens were treated conventionally and by laser surface structuring (Nd:YAG) generating 8 groups: air-particle abrasion with aluminum oxide particles (AO), tribochemical treatment (T) and laser microstructuring with different parameters (L100, L30 and L10). Additional specimens from the laser-treated groups received silica (SiO_2) deposition by deep coating (L100s, L30s, L10s). The specimens were treated with a primer with MDP content and cemented into resin blocks with a resin cement with MDP content. Micro-bars of 1 mm^2 (cross section) were obtained. Half of the bars were aged by storage in water for 365 days. The bond strength was evaluated by μ TBS.

Results: Of the 8 groups, 7 could be evaluated by μ TBS, with the exception of the L10s group where there was a 100% pre-failure. One way ANOVA showed that surface treatments had a statistically significant effect on bond strength ($p < 0.001$). Group T statistically showed the highest values. The group receiving air-particle abrasion (AO) was comparable to the laser treated groups. The lowest values were those of the L100s group. Aging did not have a significant effect on the adhesive strength for most of the experimental groups with the exception of groups AO, and L30.

Conclusions: Laser surface microstructuring of high-translucent zirconia showed an adhesive behavior comparable to that obtained by air-particle abrasion with aluminum oxide particles, however, inferior to that of the tribochemical treatment. A durable adhesive strength after aging was obtained for most groups. Deep-coating silica deposition did not lead to superior results.

Clinical Implications: Laser surface structuring of high-translucent zirconia appears to be an interesting alternative for enhancing adhesion to the zirconia surface; however, it cannot yet be considered superior to conventional treatments.

Keywords: High-translucent zirconia; Laser microstructuring; Nd:YAG; Microtensile bond strength

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Combinação de padrões em pequena escala.

Figura 2. Imagens representativas por microscopia eletrônica de varredura dos espécimes tratadas na fase 1. A) Padrões em pequena escala de diferentes combinações de parâmetros. B) Padrão não bem definido após estruturação a laser (P 50; S 256; n 20). C) Padrão bem definido na superfície de zircônia após estruturação a laser (P 25; S 64; n 20)

Figura 3. Padrões lineares para texturizar a superfície da zircônia. A) super grade, B) grade e C) linhas.

Figura 4. Imagens representativas de microscopia eletrônica de varredura em diferentes ampliações dos tratamentos de superfície definidos após análise da fase 2. Foram identificadas mudanças na morfologia da superfície para cada projeto linear. A) super grade, B) grade e C) linhas.

Figura 5. Representação esquemática da técnica de ablação a laser em meios líquidos

Figura 6. Imagens de microscopia eletrônica de varredura representativa dos espécimes após a deposição de sílica através de recobrimento por imersão. A) Formação de microfissuras e perda das características da superfície após a sinterização de CO₂, B) Melhor manutenção da morfologia e distribuição de sílica sobre a superfície após a sinterização convencional no forno.

Figura 7. Molde de silicone para a confecção de blocos de resina composta. Bloco de resina composta com dimensões de 10 x 10 x 6mm.

Figura 8. Barras com área de cimentação de aproximadamente de 1mm².

Figura 9. Blocos incluídos em godiva sendo seccionados com a máquina de corte em baixa velocidade. É apreciável a presença de polivinilsiloxano em consistência leve

entre o espaço criado pelos primeiros cortes para facilitar os seguintes transversais.

Figura 10. Área transversal das barras sendo mensurada com paquímetro digital.

Figura 11. Microbarra posicionada na unidade de fixação sendo testada na máquina universal de ensaios.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Parâmetros de lasers testados na fase 2.

Tabela 2. Parâmetros selecionados para cada padrão após análise da fase 2.

Tabela 3. Divisão dos grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento de superfície.

Tabela 4. Valores de rugosidade de superfície (S_a) em micrômetros (μm) (média \pm SD).

Tabela 5. Dados de pré-falha durante processamento dos espécimes e durante o teste de microtração.

Tabela 6. Resistência adesiva (MPa) (média \pm SD) e módulo de Weibull (m) (intervalo de confiança de 95%).

Tabela 7. Área adesiva remanescente (ARA) e falha registrada.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	15
1.1. OBJETIVOS.....	28
1.1.1. Objetivo Geral	28
1.1.2. Objetivos Específicos:	28
2. VERSÃO DO ARTIGO EM INGLÊS	29
1. INTRODUCTION.....	32
2. MATERIALS AND METHODS	34
3. RESULTS.....	39
4. DISCUSSION.....	40
3. CONCLUSÕES.....	66
REFERÊNCIAS	67
APÊNDICE A - METODOLOGIA ESTENDIDA	83
APÊNDICE B – TABELAS DE RESULTADOS	98
APÊNDICE C – PROJETOS DESENVOLVIDOS RELACIONADOS AO TEMA (CERÂMICAS).....	102
APÊNDICE D – DEMAIS ARTIGOS PUBLICADOS E SUBMETIDOS NO PERÍODO DO DOUTORADO.....	105
APÊNDICE E – ESTÁGIOS INTERNACIONAIS.....	110

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, os materiais cerâmicos têm sido frequentemente utilizados na Odontologia em associação com tecnologias CAD/CAM, com o intuito de solucionar desafios estéticos relacionados às tradicionais próteses metalocerâmicas (ÖZCAN; VOLPATO, 2015). As propriedades mecânicas favoráveis dos materiais à base de zircônia (ZrO_2) têm despertado atenção tanto por parte de clínicos como de pesquisadores (FERRARI; VICHI; ZARONE, 2015; MIYAZAKI *et al.*, 2013). Além das destacadas propriedades mecânicas, esses materiais oferecem durabilidade ao longo do tempo (PIASCIK *et al.*, 2009) e versatilidade nas aplicações clínicas, que vão desde próteses fixas sobre dentes e implantes, pinos intrarradiculares, brackets ortodônticos, pilares protéticos e implantes dentários (ÖZCAN; VOLPATO, 2015).

A zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (3Y-TZP) é a mais utilizada na Odontologia, sendo conhecida como zircônia convencional ou de primeira geração. Ela exibe um fenômeno conhecido por alotropia, ou seja, pode ser encontrada em diferentes fases cristalinas com a mesma composição química, que são: monoclinica, tetragonal e cúbica (CURTIS; WRIGHT; FLEMING, 2006). Entre diferentes óxidos, a ítria tem sido utilizada para estabilizar a zircônia na fase tetragonal em temperatura ambiente, tornando o seu uso possível na Odontologia (GUAN; ZHANG; LIU, 2015).

Recentemente, os fabricantes têm desenvolvido rotas e processamentos para melhorar as propriedades ópticas da zircônia convencional, promovendo ainda mais o uso desse material. Zircônias de segunda geração apresentam uma diminuição de alumina na sua composição, permitindo um discreto aumento na translucidez (TONG *et al.*, 2016). No entanto, um aumento considerável na translucidez é característico das zircônias da terceira geração (chamadas de zircônias de alta translucidez ou ultra

translúcidas). Essas zircônias apresentam diferenças na sua microestrutura, como partículas menores, a introdução considerável de fase cúbica na sua composição (ZHANG, 2014) e especialmente uma maior quantidade de ítria (aproximadamente 9,3 wt%/5 mol%) (ALAMMAR; BLATZ, 2022), o que favorece o comportamento óptico das mesmas, e aumenta a sua versatilidade. Com estas estratégias é possível produzir um material isotrópico cúbico de zircônia, o que diminui a dispersão de luz dos limites de grãos birrefringentes e, portanto, aumentando a translucidez (ZHANG *et al.*, 2004). Isto tem sido fundamental para a fabricação de coroas monolíticas e restaurações mais finas, com resultados estéticos superiores (MCLAREN *et al.*, 2017; SOUZA *et al.*, 2018). Na medida em que uma maior quantidade de fase cúbica está presente na microestrutura e um aumento no grau de translucidez é evidenciado, uma diminuição na resistência pode ser esperada para esses materiais (SULAIMAN *et al.*, 2016). No entanto, essa diminuição na resistência pode ser compensada com a cimentação adesiva das restaurações à superfície dentária, sendo fundamental o aprimoramento das técnicas e sistemas adesivos para alcançar este objetivo (SOUZA *et al.*, 2018).

Para garantir o sucesso e a longevidade de restaurações cerâmicas, pesquisadores têm preconizado que elas sejam cimentadas ao substrato dental por meio de sistemas adesivos (DERAND; MOLIN; KVAM, 2005). A cimentação adesiva favorece o desempenho das restaurações ao permitir uma retenção melhorada (BLATZ; SADAN; KERN, 2003; SOARES *et al.*, 2005), diminuição de microfiltração (BURKE *et al.*, 2002) e a possibilidade de obter preparos dentais mais conservadores, portanto, permitindo procedimentos minimamente invasivos.

Esses objetivos normalmente são facilmente atingíveis com a maioria das cerâmicas odontológicas; no entanto, a cimentação adesiva de restaurações à base de zircônia ainda apresenta alguns desafios. Cimentos à base de ionômero de vidro

(BLATZ *et al.*, 2007), cimentos resinosos convencionais e auto condicionantes (ATTIA, 2011) têm sido indicados para a cimentação adesiva de restaurações cerâmicas à base de zircônia. Porém, a zircônia é uma cerâmica ácido-resistente, pois não apresenta sílica em sua composição, o que impede que as técnicas tradicionais de condicionamento ácido sejam empregadas. Conseqüentemente, a rugosidade superficial da zircônia não é modificada pelo uso do ácido fluorídrico, tradicionalmente empregado nas técnicas de adesão à cerâmicas vítreas (BORGES *et al.*, 2003; DELLA BONA *et al.*, 2007), limitando a manutenção da força adesiva.

Nas cerâmicas à base de sílica, o uso de ácido fluorídrico permite a remoção da matriz vítrea, aumentando a rugosidade e a energia da superfície a fim de obter uma união adesiva micromecânica com os cimentos resinosos. Também, nas cerâmicas à base de sílica, o uso de um agente silano permite a união do dióxido de silício (SiO_2) presente na superfície da cerâmica com a matriz orgânica do cimento resinoso (MATTIELLO *et al.*, 2013). Já na superfície da zircônia, sem a presença de SiO_2 , o agente silano perde sua função no procedimento adesivo (YUKIKO; YOSHIDA; ATSUTA, 2006). Além disso, a zircônia é um material virtualmente plano, com baixa energia superficial e molhabilidade (ÖZCAN; VALLITTU, 2003). Desta forma, o desempenho adesivo de restaurações à base de zircônia cimentadas adesivamente fica cada vez mais comprometido (BLATZ; SADAN; KERN, 2003; KERN, Matthias; WEGNER, 1998; THOMPSON *et al.*, 2011).

Considerando o acima exposto, alguns protocolos visando superar as limitações da zircônia e alcançar uma adequada cimentação adesiva têm sido descritos na literatura (ÖZCAN; VOLPATO, 2015; SCIASCI *et al.*, 2015). Tratamentos de superfície, tais como o jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) ou o tratamento triboquímico, têm sido apresentados com o intuito de melhorar a interação entre os

cimentos adesivos e a superfície da zircônia (BURKE *et al.*, 2002; DERAND; MOLIN; KVAM, 2005; SCIASCI *et al.*, 2015; SUBAŞI; İNAN, 2014). O propósito destes tratamentos é induzir à modificações na superfície desse material, aumentando assim a área adesiva, sua energia superficial e a molhabilidade (KIM *et al.*, 2011).

O método mais prático e amplamente utilizado é o jateamento da superfície com partículas de óxido de alumínio. O estudo de Sciasci *et al.* reporta que, independentemente do tamanho da partícula empregada (entre 25 e 125 µm), os valores de resistência de união mostraram-se similares (SCIASCI *et al.*, 2015). No entanto, também observou-se a criação de defeitos na superfície da zircônia, incluindo a formação de trincas quando partículas com tamanhos maiores foram utilizadas (ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008). Por essa razão, partículas de até 50µm são normalmente as mais aceitas (BLATZ *et al.*, 2010; ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008).

O jateamento é feito com um dispositivo intraoral ou laboratorial, com uma pressão entre 2.3 e 3.0 bar, durante 12 a 15 segundos, mantendo uma distância de 10mm em relação à superfície da zircônia (BLATZ *et al.*, 2010; ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008). Este tratamento mecânico é feito com a intenção de remover possíveis contaminações resultantes do manuseio, limpar a área desejada e produzir rugosidades na superfície da zircônia a fim de aumentar a área e a energia superficial (ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008). Inclusive, permite a incrustação das partículas de óxido de alumínio na superfície, favorecendo as uniões químicas e micromecânicas para os cimentos resinosos (ROTKINA *et al.*, 2016).

Outro procedimento usualmente empregado é o tratamento triboquímico, com deposição de sílica na superfície. Este tratamento, conduzido de maneira semelhante ao jateamento com óxido de alumínio convencional, utilizando partículas de Al₂O₃

recobertas por sílica. O tratamento visa a deposição de uma fina camada de sílica na superfície da zircônia por meio da compactação das partículas em alta pressão (BURKE *et al.*, 2002). Sendo assim, este tratamento não só cria rugosidade, como também ativa quimicamente a superfície, a fim de reagir com os agentes silanos de união (ATSU *et al.*, 2006; KERN, Matthias; WEGNER, 1998; ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008). A ativação química permite a reação da sílica da superfície com os grupos silanol (Si-OH), facilitando a formação de uma rede de siloxanos (-Si-O-Si-O-) capazes de obter ligações covalentes na interface cimento resinoso/cerâmica (MATINLINNA *et al.*, 2006; ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008; VALANDRO, Luiz Felipe *et al.*, 2007; XIBLE *et al.*, 2006). É preciso, portanto, o uso de sistemas adesivos apropriados para esse fim, tais como *primers* específicos para zircônia que contenham silano na composição, quando o tratamento triboquímico da superfície for o escolhido (KERN, M; BARLOI; YANG, 2009).

Evidências científicas têm indicado um desempenho superior do tratamento triboquímico em relação a outros tratamentos de superfície, na adesão de cimentos adesivos à zircônia (ATSU *et al.*, 2006; EL-KORASHY; EL-REFAI, 2014; ERDEM *et al.*, 2014; ÖZCAN; VALLITTU, 2003). No entanto, limitações também têm sido reportadas em relação ao uso deste tratamento. Entre elas a possível criação de microtrincas na superfície da zircônia o que induziria a transformação de fase e uma conseqüente redução na resistência do material (ZHANG *et al.*, 2004). Uma preocupação que também tem sido levantada é a degradação da interface adesiva após o envelhecimento quando o tratamento triboquímico é empregado em associação à adesivos com conteúdo à base de 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (MDP) (BLATZ *et al.*, 2007; ÖZCAN; BERNASCONI, 2015).

Com o intuito de minimizar esses possíveis efeitos, pesquisadores têm proposto alternativas de tratamentos de superfície para esse fim, tais como o revestimento de plasma com hexametildisiloxano (DERAND; MOLIN; KVAM, 2005), a deposição de micro-pérolas de porcelana de baixa fusão (CURA *et al.*, 2012; DE CASTRO *et al.*, 2012), ou o ataque por infiltração seletiva (SIE) (ABOUSHELIB, 2011; ABOUSHELIB *et al.*, 2009; CHEUNG; BOTELHO, 2015). No entanto, as recomendações em relação a esses tratamentos são limitadas.

Outra alternativa que vai ganhando protagonismo é o uso de lasers, permitindo que modificações micro-topográficas controladas sejam feitas na superfície da zircônia, aumentando o potencial adesivo da mesma (AKHAVAN ZANJANI *et al.*, 2015; CAVALCANTI *et al.*, 2009; GORLER; OZDEMIR, 2016; KARA *et al.*, 2015). Lasers, como CO₂ (dióxido de carbono), Er:YAG (*erbium-doped yttrium aluminium garnet*), Er,Cr:YSGG (*erbium, chromium:yttrium-scandium-gallium-garnet*), Nd:YAG (*neodymium-doped yttrium aluminium garnet*) e FS (*femtosecond*) têm sido cada vez mais utilizados com o objetivo de criar mudanças controladas e definitivas na superfície da zircônia (AHRARI; BORUZINIAT; ALIREZAEI, 2016; CAVALCANTI *et al.*, 2009; DEDE *et al.*, 2016; SPOHR *et al.*, 2008; VICENTE *et al.*, 2016; VOLPATO *et al.*, 2021).

O laser de CO₂ é comumente usado para procedimentos de manipulação tecidual e cirurgia periodontal. Seu comprimento de onda é bem absorvido pelos materiais cerâmicos, resultando em retenções micromecânicas, que podem vir a favorecer a adesão à superfícies de zircônia (URAL; KALYONCUOĞLU; BALKAYA, 2012). No entanto, o uso do laser de CO₂ tem sido associado à formação de microtrincas (STÜBINGER *et al.*, 2008). Além disso, os resultados de resistência adesiva ao utilizar esta abordagem ainda são contraditórios (AKIN *et al.*, 2011; KASRAEI; ATEFAT; *et al.*, 2014).

Outros tratamentos de superfície contemplam o uso de laser à base de óxido de alumínio e ítrio (Er:YAG). Este laser permite a remoção das partículas da superfície por meio de microexplosões e vaporização, em um processo denominado ablação (CAVALCANTI *et al.*, 2009). Devido a intensidade do laser, esse processo parece não ter um efeito destrutivo na superfície da zircônia (DEDE *et al.*, 2016; KASRAEI; ATEFAT; *et al.*, 2014). No entanto, tem sido relatado que a baixa absorção de energia do laser Er:YAG na superfície da zircônia também seria insuficiente para promover a criação de retenções micromecânicas eficazes (FOXTON *et al.*, 2011; LIU *et al.*, 2015). Muito semelhante ao laser Er:YAG é o laser Er,Cr:YSGG. Esse último produz uma rugosidade semelhante àquela obtida após jateamento com partículas de alumínio. No entanto, estudos reportam que a resistência adesiva tem se mostrado ainda inferior aos tratamentos tradicionais como jateamento e tratamento triboquímico (ARAS *et al.*, 2016; GHASEMI *et al.*, 2014).

O laser Nd:YAG tem se destacado ao promover a formação de uma rugosidade superficial melhorada devido à tenacidade e baixa condutividade térmica da zircônia (KASRAEI; REZAEI-SOUFI; *et al.*, 2014). Porém, segundo estudos, o uso desse laser poderia produzir danos na superfície da zircônia, induzindo à transformação de fase em função de relevantes modificações de temperatura (GUAZZATO *et al.*, 2005; USUMEZ *et al.*, 2013). Com o intuito de evitar estes efeitos, configurações específicas nos parâmetros de uso do laser têm sido propostas por alguns pesquisadores, resultando em ausência de transformação de fase na zircônia (FARIA *et al.*, 2020; HENRIQUES *et al.*, 2018; MOURA *et al.*, 2017; PEREIRA *et al.*, 2020). Isto seria possível graças a um tratamento térmico adicional após concluída a microestruturação da superfície a laser, promovendo assim o relaxamento da tensão e a recuperação da fase tetragonal (PEREIRA *et al.*, 2020). Sendo assim, o uso da microestruturação da superfície a laser

com Nd:YAG torna-se promissor em comparação com outros tratamentos de superfície a laser.

O uso do laser FS também é uma alternativa para reduzir danos à superfície da zircônia. Este laser é capaz de produzir pulsos ópticos com duração de femtosegundos, resultando em uma superfície limpa e com uma redução considerável das transformações de fase (AKPINAR; KEPCEOGLU; *et al.*, 2015). Estudos reportam dados de resistência adesiva comparáveis aos obtidos com os tratamentos convencionais quando o laser FS foi utilizado (PRIETO *et al.*, 2016; VICENTE *et al.*, 2016).

Independentemente do laser empregado, parece existir um consenso entre os pesquisadores, destacando que o uso de laser representa uma alternativa viável para modificar a superfície da zircônia, o que poderia vir a aumentar os resultados de resistência de união entre a zircônia e o substrato dental (KARA *et al.*, 2015; KASRAEI; ATEFAT; *et al.*, 2014; LIN *et al.*, 2013; PARANHOS; BURNETT JR; MAGNE, 2011; VOLPATO *et al.*, 2021). Mais recentemente, a possibilidade de criar padrões geométricos por meio da microestruturação a laser tem se destacado como um novo degrau na utilização de lasers para os tratamentos de superfície (AKPINAR; YAVUZ; *et al.*, 2015; ESTEVES-OLIVEIRA *et al.*, 2016). Esta abordagem, relatada pela primeira vez em 2015 para aprimorar a adesão à zircônia (AKPINAR; YAVUZ; *et al.*, 2015), visa potencializar o tratamento com lasers, sendo possível, além do controle detalhado de cada um dos parâmetros, a definição personalizada da geometria dos padrões, o que não é possível com outros tratamentos de superfície convencionais (HENRIQUES *et al.*, 2017). A técnica tem sido explorada para aplicações biomédicas com resultados favoráveis (GÖKHAN DEMIR *et al.*, 2014; HENRIQUES *et al.*, 2018, 2017). Embora essa estratégia tenha sido pouco explorada para adesão à superfícies de zircônia (AKPINAR; YAVUZ; *et al.*, 2015; ESTEVES-OLIVEIRA *et al.*, 2016), a possibilidade

de personalização da superfície, somada aos resultados favoráveis obtidos em outras aplicações fazem dessa uma alternativa promissora. Embora a microestruturação de superfície a laser possa estar atualmente limitada ao uso experimental e laboratorial, é possível que esta tecnologia possa ser incorporada nos fluxos de trabalho CAD/CAM no futuro.

Entretanto, o tratamento de superfície por si só não é considerado o único responsável para garantir a adesão à zircônia. Estudos têm demonstrado resultados favoráveis em relação à resistência de união da zircônia convencional quando tratamentos mecânicos e químicos de superfície são associados (AMARAL *et al.*, 2014; KUMBULOGLU *et al.*, 2006; LÜTHY; LOEFFEL; HAMMERLE, 2006; MATINLINNA *et al.*, 2006; MAY *et al.*, 2010; ÖZCAN; BERNASCONI, 2015; TZANAKAKIS; TZOUTZAS; KOIDIS, 2016). Entre as abordagens mais destacadas pode-se citar o jateamento com partículas de óxido de alumínio ou o tratamento triboquímico associado com a aplicação de um agente adesivo contendo monômeros de ácido fosfórico hidrofóbico, como o MDP, é considerado um dos mais confiáveis protocolos de adesão para restaurações de zircônia (ALNASSAR *et al.*, 2016; KERN, Matthias; WEGNER, 1998; MAY *et al.*, 2010; NAKAYAMA *et al.*, 2010; TANAKA *et al.*, 2008). As moléculas de MDP adicionadas a estes agentes adesivos permitem uma adesão química à zircônia por meio da formação de sais de carboxilato e fosfato na interface adesiva (PILO *et al.*, 2016) e, conseqüentemente, ligações iônicas ou de hidrogênio (CHEN, Liang *et al.*, 2012; NAGAOKA *et al.*, 2017; PILO *et al.*, 2016). Essa união tem demonstrado ser inclusive resistente à degradação hídrica (KERN, Matthias; WEGNER, 1998). Isso explica os resultados amplamente superiores dessa abordagem quando comparada com o uso de agentes adesivos convencionais e cimentos

à base de BisGMA (KERN, Matthias; WEGNER, 1998; ÖZCAN; BERNASCONI, 2015).

No entanto, apesar de destacar a importância dos tratamentos químicos e a influência positiva das moléculas de MDP na promoção da adesão à zircônia, o número de produtos disponíveis para este fim é diverso, dificultando o estabelecimento de protocolos confiáveis por parte dos clínicos. As moléculas do MDP podem ser encontradas em *primers* específicos para zircônia ou também em agentes adesivos universais. É importante considerar esta diferença nas apresentações, pois o silano contido nos adesivos universais poderia ter capacidade reduzida de união à superfícies enriquecidas com sílica, devido à condensação do silanol (CHEN, Bingzhuo *et al.*, 2019; YAO *et al.*, 2018) e, portanto, resultados adesivos inferiores. Entre as opções no mercado é possível encontrar *primers*, adesivos e até mesmo cimentos com conteúdo de MDP, entretanto, a evidência sobre a interação destes produtos ainda é escassa.

Além da ativação química da superfície por meio do uso de agentes de união específicos ou com a deposição de sílica no tratamento triboquímico, outras estratégias têm sido propostas para potencializar a cimentação adesiva à superfície da zircônia. A criação de nanofilmes de sílica por deposição química e física de vapor utilizando a pulverização magnética reativa (RMS) (QUEIROZ, José Renato Calvacanti de *et al.*, 2011; QUEIROZ, José Renato *et al.*, 2013; WANDSCHER *et al.*, 2017) ou por meio da tecnologia de deposição de camada atômica (ALD) (YAN *et al.*, 2021), o uso de dispositivos térmicos para a criação de camadas de sílica (OGURI *et al.*, 2012) ou a deposição de nanopartículas de sílica por meio de recobrimento por imersão (OLIVEIRA-OGLIARI *et al.*, 2015), são outras alternativas que objetivam conseguir uma reação da superfície da zircônia com agentes de união silanos. Embora as evidências que apoiam o uso dessas estratégias ainda sejam limitadas, os resultados alcançados têm

se mostrado comparáveis ou inclusive superiores aos tratamentos convencionais. Portanto, parece necessário um estudo mais aprofundado de novas alternativas para melhorar a reação química da superfície da zircônia.

Para avaliar a resistência de união adesiva testes de cisalhamento (SBS) e tração (TBS) em escalas macro e micro(μ) têm sido sistematicamente empregados (ÖZCAN; BERNASCONI, 2015; SMITH *et al.*, 2011; TZANAKAKIS; TZOUTZAS; KOIDIS, 2016; VALANDRO, Luiz F *et al.*, 2008; YUN *et al.*, 2010). Embora não forneça uma distribuição homogênea da tensão na interface adesiva, o teste cisalhamento é o método preferido pelos pesquisadores devido à sua facilidade de execução quando comparado ao teste de microtração (μ TBS) (ÖZCAN; BERNASCONI, 2015; TZANAKAKIS; TZOUTZAS; KOIDIS, 2016). Por outro lado, o teste μ TBS parece ser o método mais adequado para avaliar a resistência de união, pois permite um melhor alinhamento dos espécimes, uma melhor distribuição da tensão e uma análise mais sensível do desempenho do agente adesivo e sua interação com o material usado (BETAMAR; CARDEW; VAN NOORT, 2007; INOKOSHI *et al.*, 2014; ÖZCAN; BERNASCONI, 2015; TZANAKAKIS; TZOUTZAS; KOIDIS, 2016; VALANDRO, Luiz F *et al.*, 2008). No teste SBS, geralmente a área de adesão é de 3,5 mm²; no teste μ SBS é de cerca de 1,0 mm², e no teste μ TBS varia em torno de 0,8 a 1,0 mm² (ÖZCAN; BERNASCONI, 2015).

Mesmo apresentando vantagens, a principal dificuldade do teste μ TBS está na preparação dos espécimes. Devido à sua reduzida dimensão e fragilidade, a perda de espécimes durante o processamento é muito comum, um problema descrito na literatura como pré-falha (BRACKETT *et al.*, 2006; MELO *et al.*, 2010). Aliado a isso, quando os espécimens são feitos de um material mais resistente, como a zircônia, o seu corte torna-se ainda mais lento e mais difícil, o que pode resultar na criação de defeitos,

transformação de fase e maior perda de espécimes. É frequente o relato de pré-falhas quando espécimes de zircônia são avaliados por meio de testes de microtração (JÚNIOR *et al.*, 2018; KESHVAD; HAKIMANEH, 2018; MAHMOODI *et al.*, 2016). As pré-falhas são relatadas principalmente durante o corte das amostras (JÚNIOR *et al.*, 2018; KESHVAD; HAKIMANEH, 2018) ou também durante a termociclagem (KESHVAD; HAKIMANEH, 2018). Estudos reportam porcentagens de pré-falha de 28 a 100%, tornando a análise completa dos dados inacessível, bem como impossibilitando a comparação entre grupos em certos casos (JÚNIOR *et al.*, 2018; KESHVAD; HAKIMANEH, 2018; MAHMOODI *et al.*, 2016).

Objetivando a diminuição da pré-falha e a simplificando o processo de corte para espécimes de zircônia, uma abordagem alternativa foi proposta em 2019 (RUALES-CARRERA *et al.*, 2019). Através desta metodologia experimental, foi possível reduzir a quantidade de zircônia necessária para realizar os testes além de facilitar as etapas de corte, mantendo a integridade das interfaces cimentadas adesivamente. O número de pré-falhas resultante que aconteceram durante diversas etapas (corte dos espécimes: 0-45%; termociclagem: 0-23%; teste adesivo: 0-27%) não prejudicaram a análise dos resultados. Esses resultados demonstram que a metodologia é promissora; porém, existe a necessidade de que seja melhor estudada e validada em função da criação de duas interfaces.

É fundamental salientar que mesmo com o grande número de estudos sobre adesão à zircônia, o conhecimento sobre o comportamento adesivo de zircônias translúcidas ainda é limitado. Yagawa *et al.* relataram resultados promissores em relação à resistência adesiva de uma zircônia translúcida após o uso de *primers* contendo MDP (YAGAWA *et al.*, 2017). Na mesma linha, tem sido enfatizada a importância de associar tratamentos químicos de superfície com adesivos com alto conteúdo de MDP a

tratamentos mecânicos de superfície (SALEM *et al.*, 2016). Estes últimos seriam responsáveis pelo aumento da resistência adesiva e pela redução do envelhecimento hidrolítico da interface de união. (ZHU *et al.*, 2021) No entanto, evidências recentes indicariam um desempenho adesivo menos favorável de zircônias translúcidas em comparação com zircônias convencionais quando tratamentos padrão são aplicados (RUALES-CARRERA *et al.*, 2019). Por estas razões, é notória a importância de aprofundar o estudo do comportamento adesivo das zircônias translúcidas, assim como avaliar novas alternativas de tratamento para este fim.

Desta forma, este estudo tem como objetivo avaliar o efeito do tratamento de microestruturação da superfície via laser na resistência de união de uma zircônia de alta translucidez cimentada adesivamente, em comparação com tratamentos convencionais. Além disso, avaliar o efeito na resistência adesiva da deposição de partículas de sílica por meio de um recobrimento por imersão nos grupos tratados com laser.

A primeira hipótese nula testada foi que os valores de resistência adesiva da zircônia de alta translucidez, após receber diferentes tratamentos de microestruturação de superfície à laser, não seriam diferentes dos tratamentos de superfície convencionais. A segunda hipótese nula testada foi que o envelhecimento por meio de armazenamento em água não influenciaria os valores de resistência de união. Finalmente, a terceira hipótese nula foi que a deposição de sílica por meio de recobrimento por imersão (*deep coating*), nos espécimes tratados com microestruturação de superfície a laser, não influenciaria os valores de resistência de união.

1.1. OBJETIVOS

1.1.1. Objetivo Geral

Avaliar o efeito do tratamento de microestruturação da superfície via laser na resistência de união de uma zircônia de alta translucidez cimentada adesivamente, em comparação com tratamentos convencionais.

1.1.2. Objetivos Específicos:

- Avaliar o efeito dos diferentes tratamentos na superfície de uma zircônia de alta translucidez;
- Avaliar o impacto dos tratamentos de superfície na resistência adesiva;
- Avaliar o desempenho da deposição de sílica por meio de recobrimento por imersão (*deep coating*) na resistência adesiva dos espécimes tratados com microestruturação via laser;
- Identificar os tipos de falhas ocorridos após os testes de resistência de união por microtração, assim como a área remanescente adesiva (ARA);
- Avaliar uma metodologia alternativa para a realização do teste de microtração com espécimes de zircônia.

2. VERSÃO DO ARTIGO EM INGLÊS

Revista: Journal of Prosthetic Dentistry or Lasers in Medical Science

Adhesive behavior of high-translucent zirconia after conventional and Nd: YAG laser surface microstructuring treatments

Acknowledgement: The authors express their gratitude to CAPES - Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel, which supports the first author. The authors would like to thank as well the Center for Microelectromechanical Systems (CMEMS) – University of Minho and the Ceramic & Composite Materials Research Laboratories (CERMAT) - Federal University of Santa Catarina.

Correspondence author:

Edwin Ruales-Carrera

Center for Education and Research in Dental Implants (CEPID), Federal University of Santa Catarina, Florianópolis 88040-900, Santa Catarina, Brazil.

Email: edwinruales@gmail.com

ABSTRACT

Statement of Problem. Despite developments in zirconia and its new translucent options, challenges remain in achieving adequate adhesion. Among surface treatments to improve their adhesive interaction, lasers have proven to be a viable alternative. More recently, an improved strategy using laser surface microstructuring has been proposed. However, this approach has not been widely studied. Furthermore, despite the large number of studies on zirconia adhesion, knowledge on the adhesive behavior of high-translucent zirconia remains limited.

Purpose. To evaluate the influence of different laser surface microstructuring configurations combined or not with silica deposition on the adhesive behavior of high-translucent zirconia before and after water storage aging using the microtensile bond strength test (μ TBS) compared to conventional treatments.

Material and Methods. High-translucent zirconia specimens were treated conventionally and by laser surface structuring (Nd:YAG) generating 8 groups: air-particle abrasion with aluminum oxide particles (AO), tribochemical treatment (T) and laser microstructuring with different parameters (L100, L30 and L10). Additional specimens from the laser-treated groups received silica (SiO_2) deposition by deep coating (L100s, L30s, L10s). The specimens were treated with a primer with MDP content and cemented into resin blocks with a resin cement with MDP content. Micro-bars of 1 mm^2 (cross section) were obtained. Half of the bars were aged by storage in water for 365 days. The bond strength was evaluated by μ TBS.

Results. Of the 8 groups, 7 could be evaluated by μ TBS, with the exception of the L10s group where there was a 100% pre-failure. One way ANOVA showed that surface treatments had a statistically significant effect on bond strength ($p < 0.001$). Group T statistically showed the highest values. The group receiving air-particle abrasion (AO)

was comparable to the laser treated groups. The lowest values were those of the L100s group. Aging did not have a significant effect on the adhesive strength for most of the experimental groups with the exception of groups AO, and L30.

Conclusions. Laser surface microstructuring of high-translucent zirconia showed an adhesive behavior comparable to that obtained by air-particle abrasion with aluminum oxide particles, however, inferior to that of the tribochemical treatment. A durable adhesive strength after aging was obtained for most groups. Deep-coating silica deposition did not lead to superior results.

Clinical Implications: Laser surface structuring of high-translucent zirconia appears to be an interesting alternative for enhancing adhesion to the zirconia surface; however, it cannot yet be considered superior to conventional treatments.

Keywords: High-translucent zirconia; Laser microstructuring; Nd:YAG; Microtensile bond strength

1. INTRODUCTION

Due to their particular mechanical properties, superior from other all-ceramic materials, yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) has been used in dentistry for a variety of purposes.^{1,2} Recently, modifications in the microstructure of zirconia, including the use of smaller particles, the introduction of the cubic phase and especially the increase in the amount of yttria,³ have led to the development of high-translucent zirconia.^{4,5} Thanks to this strategy, the applications of this material have multiplied due to the evolution of its optical behavior.^{6,7}

These developments have motivated dentists around the world to increasingly use zirconia for minimally invasive procedures, entrusting the success of their restorations most of the time to adhesive cementation.⁸ However, the flat surface of zirconia, the acid-resistant nature of the material and the absence of silica in its composition are still some drawbacks to be overcome to improve its adhesive performance.⁸⁻¹⁰

Micromechanical and chemical bonding conditioning methods have been suggested to achieve appropriate bonding to zirconia surfaces. Regarding the mechanical conditioning strategies, air-borne particle abrasion¹⁰⁻¹³ or tribochemical silica coating^{10,14-16} have stood out among different approaches.^{8,13,14} Nonetheless, despite being both a highly accepted treatments, some authors have drawn attention to the possibility of generating microcracks and phase transformations with these approaches.¹⁷ Therefore, researchers have advocated to look for further alternatives.¹⁸⁻

20

Among other options, lasers, such as CO₂ (carbon dioxide), Er:YAG (erbium-doped yttrium aluminium garnet), Er,Cr:YSGG (erbium, chromium:yttrium-scandium-gallium-garnet), Nd:YAG (neodymium-doped yttrium aluminium garnet) and FS

(femtosecond) have been increasingly used to create controlled and definitive changes on the zirconia surface with promising outcomes in terms of adhesive bonding.^{21–30} However, as there are different approaches and types of lasers, the results are still contradictory.^{18,23,37,24,26,31–36} Furthermore, among the different methodologies involving the use of lasers, the possibility of creating geometric patterns by means of laser surface microstructuring has been scarcely exploited for adhesive purposes.^{38,39}

Laser surface microstructuring allows in different terms the control of surface characteristics as well as precise patterning.^{40–43} This method has been exploited for biomedical applications and has shown favorable results.^{40–48} Therefore, according to the possibilities offered by this technology, it could be beneficial to optimize the interaction of zirconia and bonding agents.

Nevertheless, surface treatment alone is not considered to be solely responsible for ensuring adhesion to zirconia. In combination to mechanical conditioning strategies, the chemical conditioning of zirconia has been advocated.⁴⁹ Currently, the application of an adhesive agent containing hydrophobic phosphoric acid monomers, such as 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP), is considered one of the most reliable protocols.^{50–57} Other strategies to chemically condition the zirconia surface, such as creating silica nanofilms by reactive magnetron sputtering (RMS)^{58–60} or by atomic layer deposition (ALD) technology⁶¹ or deposition of silica nanoparticles by deep coating⁶² have been proposed to promote a reaction between zirconia surface and silane agents. The results of these strategies have shown promise, however, more evidence is still needed to draw conclusions. Furthermore, despite the large number of studies on adhesion to zirconia, knowledge about the adhesive behavior of high-translucent zirconia is still limited.^{3,63–66}

Therefore, the objective of the present study was to evaluate the influence of different laser surface microstructuring configurations on the adhesive behavior of high-translucent zirconia using the μ TBS test, compared to conventional treatments. The null hypotheses tested were that the bond strength values of high-translucent zirconia after receiving different laser surface microstructuring treatments would not differ from conventional surface treatments; that aging through water storage would not influence the bond strength values; and that silica deposition by deep coating on the samples treated with laser surface microstructuring would have no influence on the bond strength values.

2. MATERIALS AND METHODS

The study design is presented schematically in Figure 1.

Specimen preparation and surface conditioning

High-translucent zirconia disks were produced from zirconia powder stabilized with 9.41wt% yttria (Zpex Smile, Tosoh, Japan). The disks were prepared by pressing in an 18mm diameter mold where a pressure of 200MPa was applied. Afterwards, they were sintered following the manufacturer's instructions in a furnace at 1500°C for 8h (Zirkonofen 700 ultra-vacuum; Zirkonzahn - Gais, Italy). The final dimensions of the disks after sintering were 14.5mm in diameter and 2mm in height. The disks were then randomly assigned to eight experimental groups according to the surface treatment protocols shown in Table 1.

Conventional surface treatment of samples

High-translucent zirconia samples were subjected to conventional mechanical treatment using two strategies: a) air-particle abraded with 50 μ m aluminum oxide particles (Bio Art Dental Equipment, São Carlos, Brazil) at a pressure of 2.5bar, 10mm from the zirconia surface, for 20 seconds; b) Tribochemical treatment with silica coated

aluminum oxide particles (30 μ m) (Cojet™ Sand, 3 M ESPE; Irvine, California) at a pressure of 2.5bar for 20 seconds at a distance of 10mm from the zirconia surface. Conventional surface treatments were performed equally on both sides of the zirconia samples.

Surface treatment by laser microstructuring

Different laser microstructuring configurations were defined from previous experiments⁴⁰ and a pilot project. Those configurations that offered adequate morphology, well-defined patterns, pore formation and minimal microcracking on the zirconia surface were selected (Fig. 2). Surface treatment of the zirconia samples was performed perpendicular to the surface using a Nd:YAG laser (OEM Plus, Sisma S.p.A, Vicenza - Italy) with the following characteristics: 6W of power, 1064nm of wavelength, pulse duration of 36ns, frequency of 20kHz and maximum pulse energy of 0.3mJ. The laser parameters were controlled by Sisma Laser Controller (SLC) software (Sisma S.p.A, Vicenza - Italy) and the patterns were designed using Inkscape open-source software (Software Freedom Conservancy, Inc., New York, USA). Table 2 describes the selected configurations and microstructure patterns.

After laser structuring, the zirconia surface acquired a dark color as a small layer of materials loses oxygen due to high temperatures and fast cooling rates. To achieve oxygen recovery and restore the characteristic zirconia color, a heat treatment at 900 °C for 30 minutes was applied (Chamber furnace, Termolab, Águeda - Portugal).⁴¹

Silica deposition by deep coating

Half of the laser microstructure treated samples received silica deposition. For this objective, silica nanoparticles were obtained by laser ablation of a silicon plate target using a high-power Nd:YAG laser (OEM Plus, Sisma S.p.A, Vicenza - Italy)⁶⁷ with an output power of 6W, a spot size of 3mm, a pulse width of 35ns, operated at a repetition

rate of 20kHz. The laser power was 0.3mJ/pulse and the fundamental wavelength used was 1064nm, the laser beam was focused on the silicon surface using a fused quartz lens ($f = 160\text{mm}$). The silicon plate was placed inside a glass container containing ethanol in a volume of 10mL in order to cover the target 7mm above. During ablation, the ethanol was stirred to keep the ablated particles out of the beam path in a process lasting 11 minutes. The obtained nanoparticles were deposited by means of a deep coating process. The samples were submerged five times in the silica-enriched solution and allowed to dry at room temperature (20°C). After performing the deep coating, the samples were subjected to conventional sintering at 1500°C for 8 h with a heating rate of $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (Zirkonofen 700 ultra-vacuum; Zirkonzahn - Gais, Italy).

Morphological analysis

Additional samples were obtained from all groups for morphological analysis. The surface roughness parameter (S_a), which consists of the arithmetic mean value between the peak and valley height values in the effective roughness profile of the zirconia surfaces, was evaluated. The surface roughness evaluation was performed using a white light interferometer (Newview 7300, Zygo Corporation - Connecticut, USA) with a magnification covering an area of 4mm^2 . The arithmetic mean deviation of the roughness profile (S_a) was determined for each sample based on 48 linear measurements. Also, samples were subjected to quantification of crystallographic phases using X-ray diffraction (XRD) analysis. XRD spectra were collected using an X-ray diffractometer (XRD D8 Advance, Bruker Corporation - Massachusetts, USA), at 40kV and 30mA, using $\text{CuK}\alpha$ radiation. The range of 2θ angles was from 20 to 80, with a step of 0.021 and a step time of 2 seconds.

Bonding and processing procedure

To perform the adhesive cementation, resin samples (Opallis; FGM, Joinville, Brazil) with dimensions of 10.0 x 10.0 x 6.0mm³ were fabricated. These samples were polished with 400-grain silicon carbide papers and then ultrasonically cleaned with distilled water for 20 minutes. Subsequently, adhesive cementation between the resin samples and the zirconia specimens was carried out using a ceramic primer with MDP content (Clearfill; Kuraray Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan) and a dual-curing resin cement with MDP content (PANAVIA™ F 2.0; Kuraray Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan) following the manufacturer's instructions. The zirconia specimens received the adhesive agents on both sides to then be bonded to the resin blocks under a fixed load of 20N according a previously published method.⁶⁵ Excess resin cement was removed with a brush and then each side of the specimens was light-cured for 40 seconds with a LED polymerization unit (Optilight Max; Gnatus Equipamentos Médico-Odontológicos, São Paulo, Brazil) with a light intensity of 1200mW/cm². The assemblies (resin + zirconia + resin) were left undisturbed for 5 minutes to complete self-curing. The assemblies, in a number of 6 for each group, were stored in distilled water at 37°C before sectioning. Micro-bars with cross-sectional areas of 1mm² were obtained by means of two perpendicular sections using a precision cutting device (Isomet; Buehler, An ITW Company, IL, USA) and a diamond-coated wheel (IsoMet Blade, 15HC, 127mm; Buehler, An ITW Company, IL, USA). Abundant water cooling was used during cutting, which was performed at a maximum speed of 300rpm to reduce the loss of micro-bars. Pre-failure data was collected at this stage.

Aging of the samples

Half of the microbars from each group were stored in distilled water at room temperature for 24h before μ TBS testing. The other half was subjected to aging by storing in water for 365 days.

Microtensile bond strength test (μ TBS)

The area of the micro-bars was measured using a digital caliper, and then, they were adhered to the fixation unit using cyanoacrylate glue (Almasuper; Almata Ind. e Com. Ltda., Curitiba, Brazil) taking care to equally locate the resin-zirconia interfaces in the free space of the fixation unit. The microtraction test was performed in a universal testing machine (Instron 4444; Illinois Tool Works Inc., MA, USA) at a speed of 1.0mm/minute until bond failure. Pre-failure data was collected once again during the course of the test.

Scanning electron microscopy and adhesive analysis

All fractured microbars that could be recovered after the μ TBS test were coated with gold and examined with a scanning electron microscope. (SEM) (HITACHI Tabletop Microscope TM3030; Hitachi, Ltd., Tokyo, Japan) to assess whether the failures were adhesive (complete or partial failure in the adhesive or detachment of the adhesive from the surface), cohesive (partial or complete failure in the zirconia surface or the resin), or mixed (combination of adhesive and cohesive failure). Although there were two adhesive interfaces, only the side that suffered the failure was evaluated. A quantitative evaluation of the adhesive remnant area (ARA) was also performed using ImageJ open-source image analysis software (Version 1.51m9; National Institutes of Health, MD, USA).

Data analysis

To analyze surface roughness, the Sa values of each sample were evaluated. Zirconia phase fractions were identified by the Rietveld refinement method using MAUD (Materials Analysis Using Diffraction) software. Pre-failure data were collected both at sample processing and at the time of μ TBS testing. Adhesive strength values (in MPa) were measured by calculating the applied force at failure (Newton), divided by

the cross-sectional area (in mm²). In addition, the Weibull modulus (m) was calculated from the adhesive strength values (MPa). For surface roughness, and adhesive strength, differences between the measurements were analyzed using one-way ANOVA and Tukey's tests ($\alpha=.05$).

The ARA values were obtained from the areas filled by the cementing agent of each microbar after fracture. Then, the areas were transformed into percentages and the mean and standard deviation for each group were calculated.

3. RESULTS

The mean values and standard deviation of surface roughness (S_a), as well as the results of the one-way ANOVA and Tukey's tests are shown in Table 3. According to the analysis, there were significant statistical differences between the groups, with L100 and L100s being the groups with the highest roughness. X-ray diffractograms were similar for all groups. Rietveld analysis revealed that laser structuring did not promote any significant phase destabilization in the zirconia samples, as less than 1% monoclinic phase was identified in all samples.

Pre-failure data is presented in Table 4. The AO, T, L30 groups were the best performers in both the sample processing phase and the μ TBS test since no pre-failures were identified. Although the L100 and L30s groups experienced failures during sample processing, they did not exhibit any failure during the μ TBS test. On the other hand, the L10 and L100s groups did not perform favorably, as there were obvious pre-failures in both the processing and μ TBS stages. The L10s group presented 100% of failures at the time of processing, which prevented this group from being evaluated by means of the μ TBS test.

Microtensile bond strength (μ TBS) and Weibull modulus (m) are presented in Table 5. The μ TBS values of the T group was significantly higher than those observed

for all other groups. Conventional air abrasion treatment with aluminum oxide (AO) particles performed favorably in terms of bond strength. Statistically similar results to those of the AO group were obtained for the L100, L30 and L30s laser structuring groups. The L10 and L100 groups performed the worst in terms of bond strength (Fig. 3). In relation to the results found for the Weibull modulus (m), the highest values were found for the AO, T groups, showing that, for these groups, the data distribution is narrower and therefore more reliable.⁶⁸ No significant effect of aging on bond strength was observed for most of the experimental groups. However, for the AO, and L30 groups, a significant drop in bond strength was observed after aging.

Data regarding failure mode and ARA of each group are shown in Table 6 and graphically presented by the SEM images in Fig 4. Mixed and adhesive failure modes were the most common among the groups, with most adhesive failures occurring in the aged groups. No cohesive type failures were identified. The L100s group had 100% adhesive failure in both the non-aged and aged groups, as well, presented the lowest ARA (not aged: $5.71 \pm 5.83\%$; aged: $3.33 \pm 4.48\%$)

4. DISCUSSION

The present study evaluated the adhesive bond strength of high-translucent zirconia after receiving different surface treatments including conventional and laser surface microstructuring treatments. Based on the results obtained, the first null hypothesis tested for the present study was partially rejected. Although the conventional tribochemical treatment presented the highest bond strength values, statistically superior to all other groups, the adhesive behavior of the L100, L30, L10 and L30s groups was statistically similar to that of the conventional AO group. On the other hand, the L100s group had the worst adhesive bond strength results. The second null hypothesis was partially rejected as well. While water storage had a slight effect on the bonding

interface, it was not statistically significant for most groups. However, a significant reduction in adhesive values was evidenced in the AO and L30 groups. As for the third hypothesis, it was not possible to accept or reject it since, although the L30 group showed no statistical differences with the L30 group, both before and after aging. In contrast, a significant drop was evidenced in the L100s group compared to the L100 group. Moreover, group L10s could not be analyzed as all specimens were lost due to pre-failure.

Due to the evolution of the optical characteristics of zirconia and the increasing search for esthetic treatments, the use of high-translucent zirconia has been growing considerably in recent years.³ However, despite the increase in its use, evidence regarding its adhesive behavior is still limited.^{3,63-65} Moreover, evidence has suggested that high-translucent zirconia would have inferior performance in terms of adhesive strength when compared to conventional zirconia.⁶⁵ Therefore, the importance to analyze alternatives that can enhance its adhesive performance.

Researchers have evaluated various laser options to modify the zirconia surface for adhesive purposes with favorable results.^{24-26,35,36,38,39} Nonetheless, it has been suggested that the use of laser could produce damage on the zirconia surface as well as induce phase transformation due to important temperature changes.³⁷ Furthermore, a lack of detail and standardization in the processes has been evidenced. However, among the strategies using lasers, the possibility of creating geometric patterns and thus optimizing the adhesive performance of zirconia is gaining prominence.^{38,39,41} In addition, this method has appeared as an option that allows to control the different variables in a precise way, overcoming the concerns and limitations of conventional laser treatments.⁴⁰⁻⁴³ Recent experiments with this technology have even resulted in minimal phase transformation in zirconia,⁴⁰⁻⁴³ which would be in agreement with the

findings in the present study. This would be related to the heat treatment that the specimens received after laser surface microstructuring, thus promoting stress relaxation and recovery of the tetragonal phase.⁴² Although laser surface microstructuring may currently be limited to experimental and laboratory use, it would be possible for this technology to be incorporated into CAD/CAM workflows in the future.

Among the variables evaluated in the present study were laser power, laser speed, number of passes and distance between the lines. Modifications in these variables allowed the creation of different textures and patterns in the zirconia samples. This was evidenced visually in the SEM analysis and more objectively with the roughness results. Despite the marked differences in the textures obtained, the adhesive strength results were similar between the laser-treated groups. Furthermore, group T presented one of the lowest roughness values and still presented the best adhesive performance. This would indicate that roughness does not have a direct relationship with adhesive strength and rather, it is the type of treatment that has an influence. Similar results were reported by Ruales-Carrera et al.⁶⁵ in a previous study, who identified a superior performance of the group that received tribochemical treatment despite presenting similar roughness values with the control group.

In addition to the importance of mechanical surface treatments, several studies point to the need to combine these strategies with the application of agents containing hydrophobic phosphoric acid monomers such as MDP,^{50-54,64,65} which are known to be capable of enabling chemical bonding to zirconia through the formation of hydrogen or ionic bonds.⁵⁵⁻⁵⁷ MDP molecules can be found in zirconia-specific primers or also in universal bonding agents. It is important to consider this difference in presentations since the silane contained in universal adhesives could have reduced capacity to bond to silica-enriched surfaces, due to silanol condensation.^{69,70} This may be reflected in the results

of group T that was enriched with silica. The results of this group were superior to those reported in another study with similar configurations in which a universal adhesive was used instead of a zirconia-specific primer.⁶⁵

Water storage had a slight effect on the bonded interface, without statistical significance for most of the groups. Similar data have been reported for both conventional zirconia^{71,72} and high-translucent zirconia^{64,65} when surface treatments and chemical bonding through MPD was performed. This would suggest the possibility of obtaining a durable adhesion resulting from a combination of mechanical and chemical surface treatments. However, the AO and L30 groups experienced statistically significant reductions in adhesive values. This may be a result of the potential for hydrolytic degradation of the interface.⁶⁶ In addition, the absence of silica on the zirconia surface when sandblasting with aluminum oxide particles and the impossibility of reaction with the silanol group of the primer could also explain this behavior. A reduction in adhesive strength after aging, ranging between 24 and 43%, was recently reported in groups treated with air-particle abrasion and chemical treatment with MDP on high-translucent zirconia.⁶⁶

The effect of silica deposition by deep coating did not have the expected effect. Although other experiences of silica deposition on the surface have shown promise,⁵⁸⁻⁶² the present study showed different results. When comparing the L30 group with the L30s, the results were statistically similar, with no positive effect of silica deposition. However, on the other hand, when comparing the L100 group with the L100s group, there was a significant drop in adhesive strength. Finally, the L10s group could not be evaluated due to the pre-failures that occurred in the sectioning stage. This divergence of results may be due to the fact that this is the first study to evaluate this strategy on laser-treated surfaces. In addition, among these new alternatives for silica deposition,

there is still no standardized protocol, making it difficult to compare results. However, according to the results, different interactions could be expected depending on the laser microstructuring patterns tested.

To evaluate bond strength, shear (SBS) and tensile (TBS) tests at macro and micro (μ) scales have been recommended.^{8,73-75} Among them, the μ TBS test has been considered as the most suitable method to evaluate bond strength, as it allows better alignment of specimens, better stress distribution and more sensitive analysis of the adhesive interface.^{8,73,74,76,77} However, the main difficulty of the μ TBS test lies in the specimen preparation, especially when zirconia is involved, as the cutting and preparation of the micro-bars can lead to a high pre-failure rate.^{18,34,78} Some studies have shown pre-failure rates during sample preparation reaching 100% in some cases, even preventing comparison of results.^{18,34,78} In the present study, only the L10s group was prevented from being evaluated due to the pre-failures that occurred. However, through the methodology used, most of the groups presented reduced pre-failure rates, in agreement with past experiences.⁶⁵ In addition, the adhesive strength data obtained by means of the present methodology were homogeneous and in agreement with those reported in the literature.

Most of the groups presented a mixed failure mode when they were not aged. However, once aged, the main failure mode was adhesive. No cohesive failures were identified. In order to clarify the adhesive behavior of the evaluated groups, in addition to visually identifying the types of failure (adhesive, cohesive, mixed), the adhesive remnant area (ARA) was quantitatively measured. The adhesive remnant area of the group L30 (Not aged: $87.29\% \pm 24.40\%$; Aged: $77.74\% \pm 41.07\%$) stood out among the laser-treated groups. This was also visually identified in the SEM microphotographs,

evidencing a similar behavior to that of the group that received tribochemical treatment. Nonetheless, these findings should be further evaluated in future studies.

CONCLUSIONS

Within the limitations of the present study, it was possible to conclude that:

1. Laser surface microstructuring of high-translucent zirconia showed adhesive behavior comparable to that obtained with conventional treatment by air abrasion with aluminum oxide particles. However, this behavior was inferior to that obtained by tribochemical treatment.
2. A durable bond strength after water storage was achieved for most of the groups.
3. Silica deposition by deep coating did not lead superior results in the groups treated with laser surface microstructuring.

References

1. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 2013;57:236–61.
2. Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. *Dent Mater* 2015;31:e63–76.
3. Alammar A, Blatz MB. The resin bond to high-translucent zirconia—A systematic review. *J Esthet Restor Dent* 2022;1–19.
4. McLaren EA, Lawson N, Choi J, Kang J, Trujillo C. New high-translucent cubic-phase-containing zirconia: clinical and laboratory considerations and the effect of air abrasion on strength. *Compend Contin Educ Dent* 2017;38:e13.
5. Souza R, Barbosa F, Araújo G, Miyashita E, Bottino MA, Melo R, et al. Ultrathin monolithic zirconia veneers: reality or future? Report of a clinical case and one-year follow-up. *Oper Dent* 2018;43:3–11.
6. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke mann N. Three generations of zirconia: from veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int* 2017;48:369–80.
7. Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater* 2014;30:1195–203.
8. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2015;17:7–26.
9. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent* 1994;71:453–61.
10. Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional

- monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J* 2008;27:99–104.
11. Blatz MB, Phark J-H, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig* 2010;14:187–92.
 12. Souza ROA, Valandro LF, Melo RM, Machado JPB, Bottino MA, Özcan M. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: Effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *J Mech Behav Biomed Mater* 2013;26:155–63.
 13. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res* 2009;88:817–22.
 14. Sarmiento HR, Campos F, Sousa RS, Machado JPB, Souza ROA, Bottino MA, et al. Influence of air-particle deposition protocols on the surface topography and adhesion of resin cement to zirconia. *Acta Odontol Scand* 2014;72:346–53.
 15. El-Korashy DI, El-Refai DA. Mechanical properties and bonding potential of partially stabilized zirconia treated with different chemomechanical treatments. *J Adhes Dent* 2014;16:365–76.
 16. Erdem A, Akar GC, Erdem A, Kose T. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. *Oper Dent* 2014;39:E118–27.
 17. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 2004;71:381–6.
 18. Mahmoodi N, Hooshmand T, Heidari S, Khoshro K. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental

- zirconia ceramic to resin cements. *Lasers Med Sci* 2016;31:205–11.
19. Ghasemi A, Kermanshah H, Ghavam M, Nateghifard A, Torabzadeh H, Nateghifard A, et al. Effect of Er, Cr: YSGG laser treatment on microshear bond strength of zirconia to resin cement before and after sintering. *J Adhes Dent* 2014;16:377–82.
 20. Prieto MV, Gomes ALC, Martín JM, Lorenzo AA, Mato VS, Martínez AA. The effect of femtosecond laser treatment on the effectiveness of resin-zirconia adhesive: an in vitro study. *J lasers Med Sci* 2016;7:214–9.
 21. Paranhos MPG, Burnett Jr LH, Magne P. Effect of Nd:YAG laser and CO₂ laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int* 2011;42:79–89.
 22. Lin Y, Song X, Chen Y, Zhu Q, Zhang W. Effect of Er: YAG laser irradiation on bonding property of zirconia ceramics to resin cement. *Photomed Laser Surg* 2013;31:619–25.
 23. Kasraei S, Atefat M, Beheshti M, Safavi N, Mojtahedi M, Rezaei-Soufi L. Effect of surface treatment with carbon dioxide (CO₂) laser on bond strength between cement resin and zirconia. *J lasers Med Sci* 2014;5:115–20.
 24. Kara O, Kara HB, Tobi ES, Ozturk AN, Kilic HS. Effect of various lasers on the bond strength of two zirconia ceramics. *Photomed Laser Surg* 2015;33:69–76.
 25. Volpato CAM, Carvalho O, Özcan M, Fredel MC, Silva FS. Effect of laser irradiation on the adhesion of resin-based materials to zirconia: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Sci Technol* 2021;35:1035–56.
 26. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent* 2009;34:280–7.

27. Dede DÖ, Yenisey M, Rona N, Öngöz Dede F. Effects of laser treatment on the bond strength of differently sintered zirconia ceramics. *Photomed Laser Surg* 2016;34:276–83.
28. Ahrari F, Boruziniat A, Alirezaei M. Surface treatment with a fractional CO₂ laser enhances shear bond strength of resin cement to zirconia. *Laser Ther* 2016;25:19–26.
29. Spohr AM, Borges GA, Júnior LHB, Mota EG, Oshima HMS. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd: YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomed Laser Surg* 2008;26:203–8.
30. Vicente M, Gomes AL, Montero J, Rosel E, Seoane V, Albaladejo A. Influence of cyclic loading on the adhesive effectiveness of resin-zirconia interface after femtosecond laser irradiation and conventional surface treatments. *Lasers Surg Med* 2016;48:36–44.
31. 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;28:259–66.
32. Liu L, Liu S, Song X, Zhu Q, Zhang W. Effect of Nd: YAG laser irradiation on surface properties and bond strength of zirconia ceramics. *Lasers Med Sci* 2015;30:627–34.
33. Kasraei S, Rezaei-Soufi L, Heidari B, Vafae F. Bond strength of resin cement to CO₂ and Er:YAG laser-treated zirconia ceramic. *Restor Dent Endod* 2014;39:296–302.
34. Keshvad A, Hakimaneh SMR. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-based and Y-TYP ceramics using different surface treatments. *J*

- Prosthodont 2018;27:67–74.
35. Akhavan Zanjani V, Ahmadi H, Nateghifard A, Ghasemi A, Torabzadeh H, Abdoh Tabrizi M, et al. Effect of different laser surface treatment on microshear bond strength between zirconia ceramic and resin cement. *J Investig Clin Dent* 2015;6:294–300.
 36. Gorler O, Ozdemir AK. Bonding strength of ceromer with direct laser sintered, Ni-Cr-based, and ZrO₂ metal infrastructures after Er:YAG, Nd:YAG, and Ho:YAG laser surface treatments-a comparative in vitro study. *Photomed Laser Surg* 2016;34:355–62.
 37. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain M V. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent* 2005;33:9–18.
 38. Esteves-Oliveira M, Jansen P, Wehner M, Dohrn A, Bello-Silva MS, de Paula Eduardo C, et al. Surface characterization and short-term adhesion to zirconia after ultra-short pulsed laser irradiation. *J Adhes Dent* 2016;18:483–92.
 39. Akpınar YZ, Yavuz T, Aslan MA, Kepceoglu A, Kilic HS. Effect of different surface shapes formed by femtosecond laser on zirconia-resin cement shear bond strength. *J Adhes Sci Technol* 2015;29:149–57.
 40. Faria D, Madeira S, Buciumeanu M, Silva FS, Carvalho O. Novel laser textured surface designs for improved zirconia implants performance. *Mater Sci Eng C* 2020;108:110390.
 41. Henriques B, Fabris D, Souza JCM, Silva FS, Carvalho Ó, Fredel MC, et al. Bond strength enhancement of zirconia-porcelain interfaces via Nd:YAG laser surface structuring. *J Mech Behav Biomed Mater* 2018;81:161–7.
 42. Pereira RSF, Moura CG, Henriques B, Chevalier J, Silva FS, Fredel MC.

- Influence of laser texturing on surface features, mechanical properties and low-temperature degradation behavior of 3Y-TZP. *Ceram Int* 2020;46:3502–12.
43. Moura CG, Pereira R, Buciumeanu M, Carvalho O, Bartolomeu F, Nascimento R, et al. Effect of laser surface texturing on primary stability and surface properties of zirconia implants. *Ceram Int* 2017;43:15227–36.
 44. Li J, Ji L, Hu Y, Bao Y. Precise micromachining of yttria-tetragonal zirconia polycrystal ceramic using 532 nm nanosecond laser. *Ceram Int* 2016;42:4377–85.
 45. Delgado-Ruíz RA, Calvo-Guirado JL, Moreno P, Guardia J, Gomez-Moreno G, Mate-Sánchez JE, et al. Femtosecond laser microstructuring of zirconia dental implants. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 2011;96:91–100.
 46. Gökhan Demir A, Furlan V, Lecis N, Previtali B. Laser surface structuring of AZ31 Mg alloy for controlled wettability. *Biointerphases* 2014;9:29009.
 47. Henriques B, Sampaio M, Buciumeanu M, Souza JCM, Gomes JR, Silva F, et al. Laser surface structuring of Ti6Al4V substrates for adhesion enhancement in Ti6Al4V-PEEK joints. *Mater Sci Eng C* 2017;79:177–84.
 48. Ackerl N, Warhanek M, Gysel J, Wegener K. Ultrashort-pulsed laser machining of dental ceramic implants. *J Eur Ceram Soc* 2019;39:1635–41.
 49. Özcan M, Volpato CAM. Adhesion to zirconium dioxide used for dental reconstructions: surface conditioning concepts, challenges, and future prospects. *Curr Oral Heal Reports* 2015;2:190–4.
 50. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64–71.
 51. Alnassar T, Ozer F, Chiche G, Blatz MB. Effect of different ceramic primers on shear bond strength of resin-modified glass ionomer cement to zirconia. *J Adhes*

- Sci Technol 2016;30:2429–38.
52. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87:666–70.
 53. Nakayama D, Koizumi H, Komine F, Blatz MB, Tanoue N, Matsumura H. Adhesive bonding of zirconia with single-liquid acidic primers and a tri-n-butylborane initiated acrylic resin. *J Adhes Dent* 2010;12:305–10.
 54. May LG, Passos SP, Capelli DB, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 2010;95:69–74.
 55. Chen L, Suh BI, Brown D, Chen X. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. *Am J Dent* 2012;25:103–8.
 56. Pilo R, Kaitsas V, Zinelis S, Eliades G. Interaction of zirconia primers with yttria-stabilized zirconia surfaces. *Dent Mater* 2016;32:353–62.
 57. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep* 2017;7:1–7.
 58. Queiroz JR, Massi M, Nogueira Jr L, Sobrinho AS, Bottino MA, Ozcan M. Silica-based nano-coating on zirconia surfaces using reactive magnetron sputtering: Effect on chemical adhesion of resin cements. *J Adhes Dent* 2013;15:151–9.
 59. Queiroz JRC de, Duarte DA, Fissmer SF, Massi M, Bottino MA. Deposition of SiO_x thin films on Y-TZP by reactive magnetron sputtering: influence of plasma parameters on the adhesion properties between Y-TZP and resin cement for application in dental prosthesis. *Mater Res* 2011;14:212–6.

60. Wandscher VF, Prochnow C, Rippe MP, Dorneles LS, Callegari GL, Baldissara P, et al. Retentive strength of Y-TZP crowns: comparison of different silica coating methods on the intaglio surfaces. *Oper Dent* 2017;42:E121–33.
61. Yan Y, Ji Y, Yan J, Hu X, Zhang Q, Liu M, et al. Atomic layer deposition SiO₂ films over dental ZrO₂ towards strong adhesive to resin. *J Mech Behav Biomed Mater* 2021;114:104197.
62. Oliveira-Ogliari A, Collares FM, Feitosa VP, Sauro S, Ogliari FA, Moraes RR. Methacrylate bonding to zirconia by in situ silica nanoparticle surface deposition. *Dent Mater* 2015;31:68–76.
63. 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;62:204–9.
64. Salem R, el Naggar G, Aboushelib M, Selim D. Microtensile bond strength of resin-bonded high-translucency zirconia using different surface treatments. *J Adhes Dent*. 2016;18:191–6.
65. Ruales-Carrera E, Cesar PF, Henriques B, Fredel MC, Özcan M, Volpato CAM. Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *J Esthet Restor Dent* 2019;31:388–97.
66. Xiong Y, Zhao P, Jin C, Wang J, Arola D, Gao S. Effect of airborne-particle abrasion protocols and MDP-based primer on the bond strength of highly translucent zirconia. *J Adhes Dent* 2021;23:437–46.
67. Madeira S, Barbosa A, Moura CG, Buciumeanu M, Silva FS, Carvalho O. Aunps and Agunps-functionalized zirconia surfaces by hybrid laser technology for dental implants. *Ceram Int* 2020;46:7109–21.

68. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003;19:662–9.
69. Chen B, Lu Z, Meng H, Chen Y, Yang L, Zhang H, et al. Effectiveness of pre-silanization in improving bond performance of universal adhesives or self-adhesive resin cements to silica-based ceramics: Chemical and in vitro evidences. *Dent Mater* 2019;35:543–53.
70. Yao C, Yu J, Wang Y, Tang C, Huang C. Acidic pH weakens the bonding effectiveness of silane contained in universal adhesives. *Dent Mater* 2018;34:809–18.
71. Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallittu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent* 2006;31:248–55.
72. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CHF. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006;22:195–200.
73. Tzanakakis E-GC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent* 2016;115:9–19.
74. Valandro LF, Özcan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino MA. Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. *Dent Mater J* 2008;27:849–55.
75. Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, et al. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dent Mater* 2011;27:779–85.
76. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of

- bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res* 2014;93:329–34.
77. Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 2007;9:159–68.
78. Júnior VVBF, Dantas DCB, Bresciani E, Huhtala MFRL. Evaluation of the bond strength and characteristics of zirconia after different surface treatments. *J Prosthet Dent* 2018;120:955–9.

Tables

Table 1. Experimental groups

Study group	Surface treatment
AO	Air-particle abrasion with 50 μm aluminum oxide particles
T	Tribochemical treatment with silica coated aluminum oxide particles (30 μm)
L100	Nd: YAG – Pattern: Supergrid
L30	Nd: YAG – Pattern: Grid
L10	Nd: YAG – Pattern: Lines
L100s	Nd: YAG – Pattern: Supergrid + Silica deposition
L30s	Nd: YAG – Pattern: Grid + Silica deposition
L10s	Nd: YAG – Pattern: Lines + Silica deposition

Table 2. selected configurations and microstructure patterns.

Pattern	Power (%)	Speed (mm/s)	Number of passes	Distance between lines (μm)
Supergrid*	100	200	1	100
	100	180	1	100
	100	160	1	100
	100	140	1	100
	100	120	2	100
	100	100	3	100
	100	80	4	100
	100	60	5	100
	100	40	6	100
	100	20	7	100
Grid	25	60	20	30
Lines	50	60	1	10

*The supergrid parameters were used sequentially to obtain the established pattern.

According to Faria et al. 2020³⁹

Table 3. Surface roughness values (S_a) in micrometers (μm) (mean \pm SD).

Group	Surface Rougness (S_a)
AO	0.26 ± 0.001^a
T	0.22 ± 0.021^a
L100	28.63 ± 0.585^c
L30	2.23 ± 0.579^b
L10	$0.99 \pm 0.038^{a,b}$
L100s	30.53 ± 0.513^d
L30s	1.99 ± 0.226^b
L10s	$0.86 \pm 0.031^{a,b}$

Table 4. Pre-failure data at sample processing and μ TBS Test.

Group	Failure at sample processing (%)	Failure at μTBS Test (%)	
		Not aged	Aged
AO	0.00	0.00	0.00
T	0.00	0.00	0.00
L100	32.96	0.00	0.00
L30	0.00	0.00	0.00
L10	67.38	35.00	45.00
L100s	30.95	25.00	40.00
L30s	43.91	0.00	0.00
L10s	100.00	N/A	N/A

Table 5. Microtensile bond strength (MPa) (mean \pm SD) and Weibull modulus (m) (95% confidence interval).

Group	Not aged			Aged		
	μ TBS (MPa)	m	n	μ TBS (MPa)	m	n
AO	15.73 \pm 4.15 ^{b,c,d}	3.02	20	6.56 \pm 3.47 ^{e,f,g}	1.63	20
T	22.49 \pm 6.06 ^a	3.85	20	18.13 \pm 5.34 ^{a,b}	3.01	20
L100	15.71 \pm 5.96 ^{b,c,d}	2.53	20	11.55 \pm 3.84 ^{c,d,e}	2.11	20
L30	16.64 \pm 6.99 ^{b,c}	1.91	20	7.38 \pm 4.56 ^{e,f,g}	1.41	20
L10	10.99 \pm 6.14 ^{c,d,e}	1.21	13	10.61 \pm 2.74 ^{d,e,f}	0.38	11
L100s	4.05 \pm 2.13 ^g	1.55	15	5.04 \pm 1.24 ^{f,g}	2.78	12
L30s	15.26 \pm 6.43 ^{b,c,d}	2.21	20	11.49 \pm 4.93 ^{c,d,e}	1.72	20
L10s	N/A	N/A	0	N/A	N/A	0

Table 6. Adhesive remnant area (ARA) and recorded failure.

Group	% of mixed failure*		ARA (%)	
	Not aged	Aged	Not aged	Aged
AO	100.00	8.33	75.78 ± 14.87	15.96 ± 18.93
T	100.00	90.01	78.34 ± 8.90	52.89 ± 33.72
L100	100.00	18.18	54.81 ± 19.93	24.63 ± 24.81
L30	100.00	77.78	87.29 ± 24.40	77.74 ± 41.07
L10	50.00	0.00	35.85 ± 33.99	2.54 ± 1.09
L100s	0.00	0.00	5.71 ± 5.83	3.33 ± 4.48
L30s	90.91	36.36	73.95 ± 28.25	52.72 ± 48.15
L10s	N/A	N/A	N/A	N/A

*The rest percentage represents adhesive failures.

Figures

Figure 1. Schematic diagram showing the methodology followed.

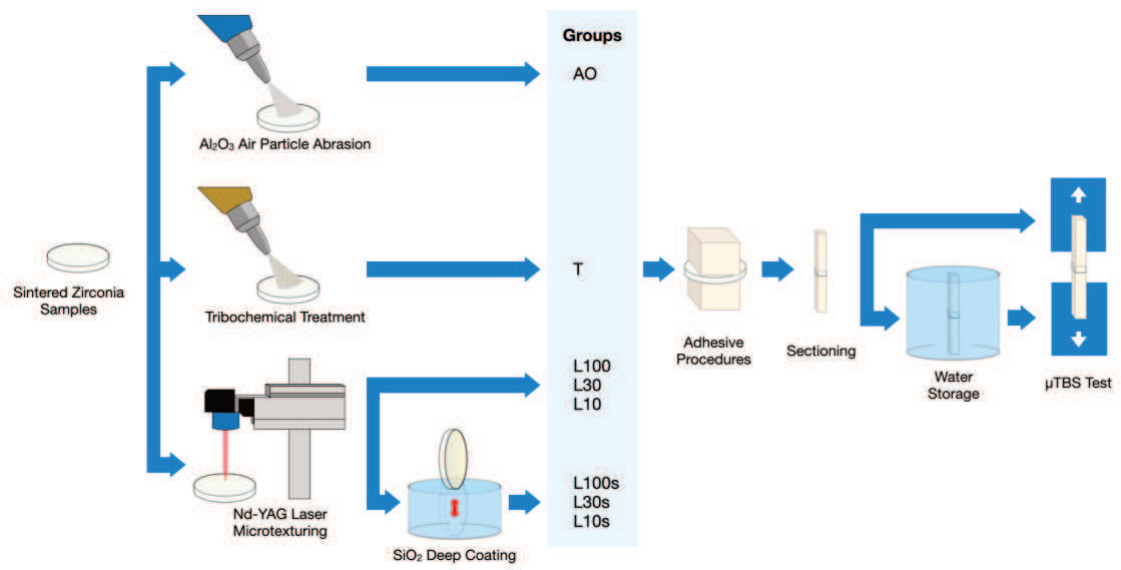


Figure 2. Selected patterns and their representative scanning electron microscopy images at different magnifications. a) Supergrid, b) grid, c) lines.

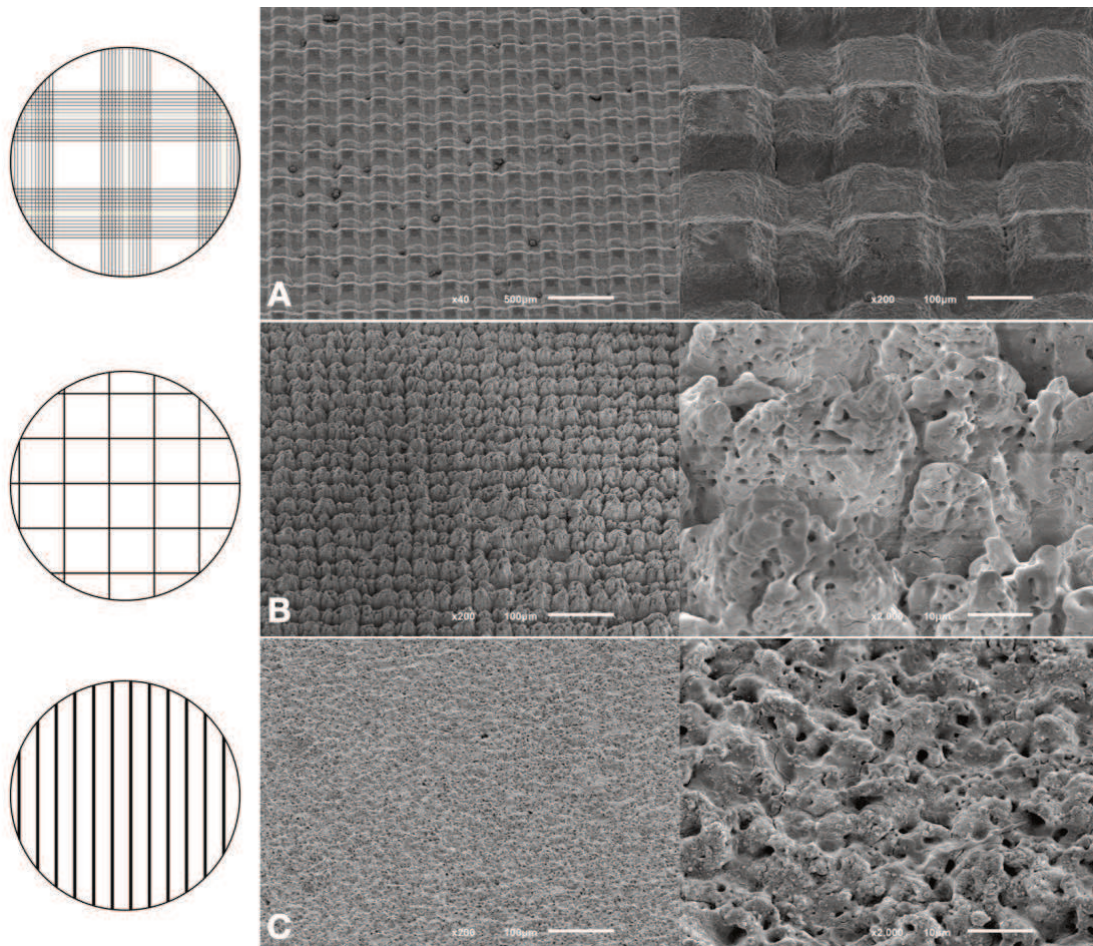


Figure 3. Microtensile bond strength values (MPa) of aged and non-aged groups.

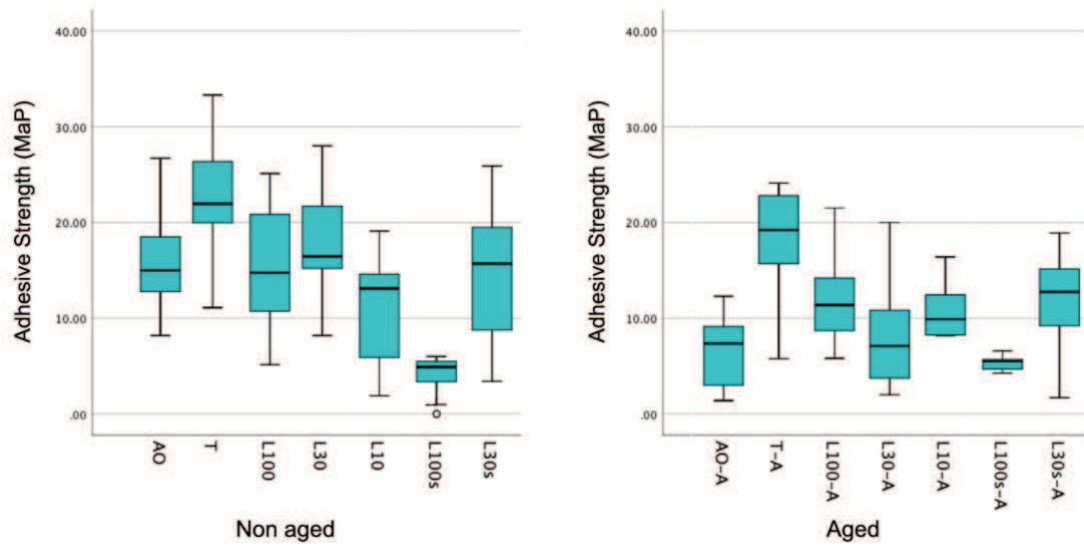
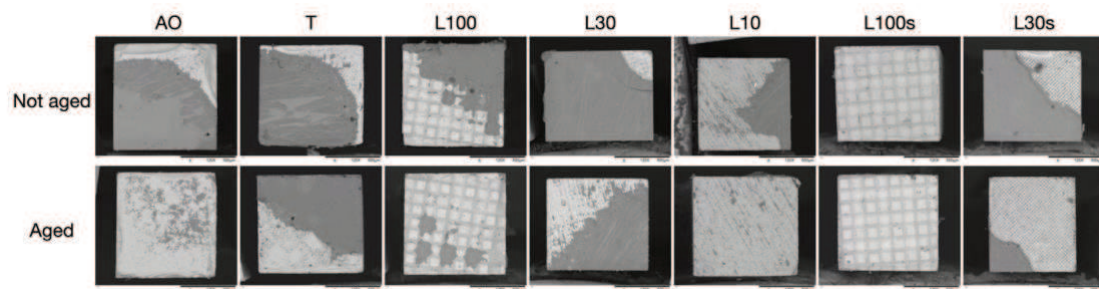


Figure 4. Representative scanning electron microscopy images of all groups at X120 magnification. Adhesive remnants can be seen in dark gray.



3. CONCLUSÕES

- A microestruturação a laser da superfície da zircônia de alta translucidez mostrou um comportamento adesivo comparável ao obtido com o tratamento convencional por jateamento com partículas de óxido de alumínio. Entretanto, este comportamento foi inferior ao obtido com o tratamento triboquímico.
- Uma resistência adesiva duradoura após o armazenamento de água foi alcançada para a maioria dos grupos.
- A deposição de sílica por processo de recobrimento por imersão não levou a resultados superiores nos grupos tratados com microestruturação de superfície à laser.
- A metodologia alternativa proposta para espécimens de zircônia parece adequada para simplificar a implementação dos testes de microtração.

REFERÊNCIAS

ABOUSHELIB, M. N. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 13, no. 3, p. 255–60, 2011.

ABOUSHELIB, M. N.; MIRMOHAMADI, H.; MATINLINNA, J. P.; KUKK, E.; OUNSI, H. F.; SALAMEH, Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. **Dental Materials**, vol. 25, no. 8, p. 989–993, 2009.

AHRARI, F.; BORUZINIAT, A.; ALIREZAEI, M. Surface treatment with a fractional CO₂ laser enhances shear bond strength of resin cement to zirconia. **Laser therapy**, vol. 25, no. 1, p. 19–26, 2016.

AKHAVAN ZANJANI, V.; AHMADI, H.; NATEGHIFARD, A.; GHASEMI, A.; TORABZADEH, H.; ABDOH TABRIZI, M.; ALIKHANI, F.; RAZI, R.; NATEGHIFARD, A. Effect of different laser surface treatment on microshear bond strength between zirconia ceramic and resin cement. **Journal of investigative and clinical dentistry**, vol. 6, no. 4, p. 294–300, 2015.

AKIN, H.; OZKURT, Z.; KIRMALI, O.; KAZAZOGLU, E.; OZDEMIR, A. K. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. **Photomedicine and Laser Surgery**, vol. 29, no. 12, p. 797–802, 2011.

AKPINAR, Y. Z.; KEPCEOGLU, A.; YAVUZ, T.; ASLAN, M. A.; DEMIRTAG, Z.; KILIC, H. S.; USUMEZ, A. Effect of femtosecond laser beam angle on bond strength of zirconia-resin cement. **Lasers in medical science**, vol. 30, no. 8, p. 2123–2128, 2015.

- AKPINAR, Y. Z.; YAVUZ, T.; ASLAN, M. A.; KEPCEOGLU, A.; KILIC, H. S. Effect of different surface shapes formed by femtosecond laser on zirconia-resin cement shear bond strength. **Journal of Adhesion Science and Technology**, vol. 29, no. 3, p. 149–157, 2015.
- ALAMMAR, A.; BLATZ, M. B. The resin bond to high-translucent zirconia—A systematic review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, , p. 1–19, 2022.
- ALNASSAR, T.; OZER, F.; CHICHE, G.; BLATZ, M. B. Effect of different ceramic primers on shear bond strength of resin-modified glass ionomer cement to zirconia. **Journal of Adhesion Science and Technology**, vol. 30, no. 22, p. 2429–2438, 2016.
- AMARAL, M.; BELLI, R.; CESAR, P. F.; VALANDRO, L. F.; PETSCHERT, A.; LOHBAUER, U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. **Journal of dentistry**, vol. 42, no. 1, p. 90–98, 2014.
- ARAS, W. M. F.; BARROSO, J. S. M.; BLAY, A.; RODRIGUES, J. A.; CASSONI, A. Er, Cr: YSGG laser irradiation influence on Y-TZP bond strength to resin cement. **Ceramics International**, vol. 42, no. 12, p. 13790–13795, 2016.
- ATSU, S. S.; KILICARSLAN, M. A.; KUCUKESMEN, H. C.; AKA, P. S. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 95, no. 6, p. 430–436, 2006.
- ATTIA, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic-influence of surface treatment and thermocycling. **Journal of Applied Oral Science**, vol. 19, no. 4, p. 388–395, 2011.
- BETAMAR, N.; CARDEW, G.; VAN NOORT, R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 9, no. 2, p. 159–68, 2007.
- BLATZ, M. B.; CHICHE, G.; HOLST, S.; SADAN, A. Influence of surface treatment

and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. **Quintessence International**, vol. 38, no. 9, p. 745–53, 2007.

BLATZ, M. B.; PHARK, J.-H.; OZER, F.; MANTE, F. K.; SALEH, N.; BERGLER, M.; SADAN, A. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. **Clinical Oral Investigations**, vol. 14, no. 2, p. 187–192, 2010.

BLATZ, M. B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 89, no. 3, p. 268–274, 2003.

BORGES, G. A.; SOPHR, A. M.; DE GOES, M. F.; SOBRINHO, L. C.; CHAN, D. C. N. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 89, no. 5, p. 479–488, 2003.

BRACKETT, W. W.; ITO, S.; NISHITANI, Y.; HAISCH, L. D.; PASHLEY, D. H. The microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground enamel. **Operative Dentistry**, vol. 31, no. 3, p. 332–337, 2006.

BURKE, F. J.; FLEMING, G. J. P.; NATHANSON, D.; MARQUIS, P. M. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 4, no. 1, p. 7–22, 2002.

CAVALCANTI, A. N.; FOXTON, R. M.; WATSON, T. F.; OLIVEIRA, M. T.; GIANNINI, M.; MARCHI, G. M. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Operative dentistry**, vol. 34, no. 3, p. 280–287, 2009.

CHEN, B.; LU, Z.; MENG, H.; CHEN, Y.; YANG, L.; ZHANG, H.; XIE, H.; CHEN, C. Effectiveness of pre-silanization in improving bond performance of universal adhesives or self-adhesive resin cements to silica-based ceramics: Chemical and in

- vitro evidences. **Dental Materials**, vol. 35, no. 4, p. 543–553, 2019.
- CHEN, L.; SUH, B. I.; BROWN, D.; CHEN, X. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. **American journal of dentistry**, vol. 25, no. 2, p. 103–108, 2012.
- CHEUNG, J. K. G.; BOTELHO, M. G. Zirconia surface treatments for resin bonding. **The journal of adhesive dentistry**, vol. 17, no. 6, p. 551–8, 2015.
- CURA, C.; ÖZCAN, M.; ISIK, G.; SARACOGLU, A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 14, no. 1, p. 75–82, 2012.
- CURTIS, A. R.; WRIGHT, A. J.; FLEMING, G. J. P. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. **Journal of dentistry**, vol. 34, no. 3, p. 195–206, 2006.
- DE CASTRO, H. L.; CORAZZA, P. H.; PAES-JÚNIOR, T. de A.; DELLA BONA, A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. **Dental Materials**, vol. 28, no. 11, p. 1191–1197, 2012.
- DEDE, D. Ö.; YENISEY, M.; RONA, N.; ÖNGÖZ DEDE, F. Effects of laser treatment on the bond strength of differently sintered zirconia ceramics. **Photomedicine and laser surgery**, vol. 34, no. 7, p. 276–283, 2016.
- DELLA BONA, A.; DONASSOLLO, T. A.; DEMARCO, F. F.; BARRETT, A. A.; MECHOLSKY JR, J. J. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. **Dental Materials**, vol. 23, no. 6, p. 769–775, 2007.
- DERAND, T.; MOLIN, M.; KVAM, K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. **Dental Materials**, vol. 21, no. 12, p. 1158–1162, 2005.
- EL-KORASHY, D. I.; EL-REFAI, D. A. Mechanical properties and bonding potential

of partially stabilized zirconia treated with different chemomechanical treatments.

Journal of Adhesive Dentistry, vol. 16, no. 4, p. 365–76, 2014.

ERDEM, A.; AKAR, G. C.; ERDEM, A.; KOSE, T. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. **Operative dentistry**, vol. 39, no. 3, p. E118–E127, 2014.

ESTEVEZ-OLIVEIRA, M.; JANSEN, P.; WEHNER, M.; DOHRN, A.; BELLO-SILVA, M. S.; DE PAULA EDUARDO, C.; MEYER-LUECKEL, H. Surface Characterization and Short-term Adhesion to Zirconia after Ultra-short Pulsed Laser Irradiation. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 18, no. 6, p. 483–492, 2016.

FARIA, D.; MADEIRA, S.; BUCIUMEANU, M.; SILVA, F. S.; CARVALHO, O. Novel laser textured surface designs for improved zirconia implants performance. **Materials Science and Engineering: C**, vol. 108, p. 110390, 2020.

FERRARI, M.; VICHI, A.; ZARONE, F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. **Dental materials**, vol. 31, no. 3, p. e63–e76, 2015.

FOXTON, R. M.; CAVALCANTI, A. N.; NAKAJIMA, M.; PILECKI, P.; SHERRIFF, M.; MELO, L.; WATSON, T. F. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. **Journal of Prosthodontics: Implant, Esthetic and Reconstructive Dentistry**, vol. 20, no. 2, p. 84–92, 2011.

GHASEMI, A.; KERMANS SHAH, H.; GHAVAM, M.; NATEGHIFARD, A.; TORABZADEH, H.; NATEGHIFARD, A.; ZOLFAGHARNASAB, K.; AHMADI, H. Effect of Er, Cr: YSGG laser treatment on microshear bond strength of zirconia to resin cement before and after sintering. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 16, no. 4, p. 377–82, 2014.

GÖKHAN DEMIR, A.; FURLAN, V.; LECIS, N.; PREVITALI, B. Laser surface structuring of AZ31 Mg alloy for controlled wettability. **Biointerphases**, vol. 9, no. 2, p. 29009, 2014.

GORLER, O.; OZDEMIR, A. K. Bonding strength of ceromer with direct laser sintered, Ni-Cr-based, and ZrO₂ metal infrastructures after Er: YAG, Nd: YAG, and Ho: YAG laser surface treatments—a comparative in vitro study. **Photomedicine and laser surgery**, vol. 34, no. 8, p. 355–362, 2016.

GUAN, S.-H.; ZHANG, X.-J.; LIU, Z.-P. Energy landscape of zirconia phase transitions. **Journal of the American Chemical Society**, vol. 137, no. 25, p. 8010–8013, 2015.

GUAZZATO, M.; QUACH, L.; ALBAKRY, M.; SWAIN, M. V. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. **Journal of dentistry**, vol. 33, no. 1, p. 9–18, 2005.

HENRIQUES, B.; FABRIS, D.; SOUZA, J. C. M.; SILVA, F. S.; CARVALHO, Ó.; FREDEL, M. C.; MESQUITA-GUIMARÃES, J. Bond strength enhancement of zirconia-porcelain interfaces via Nd: YAG laser surface structuring. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, vol. 81, p. 161–167, 2018.

HENRIQUES, B.; SAMPAIO, M.; BUCIUMEANU, M.; SOUZA, J. C. M.; GOMES, J. R.; SILVA, F.; CARVALHO, O. Laser surface structuring of Ti6Al4V substrates for adhesion enhancement in Ti6Al4V-PEEK joints. **Materials Science and Engineering: C**, vol. 79, p. 177–184, 2017.

INOKOSHI, M.; DE MUNCK, J.; MINAKUCHI, S.; VAN MEERBEEK, B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. **Journal of dental research**, vol. 93, no. 4, p. 329–334, 2014.

JÚNIOR, V. V. B. F.; DANTAS, D. C. B.; BRESCIANI, E.; HUHTALA, M. F. R. L.

- Evaluation of the bond strength and characteristics of zirconia after different surface treatments. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, vol. 120, no. 6, p. 955–959, 2018.
- KARA, O.; KARA, H. B.; TOBI, E. S.; OZTURK, A. N.; KILIC, H. S. Effect of various lasers on the bond strength of two zirconia ceramics. **Photomedicine and laser surgery**, vol. 33, no. 2, p. 69–76, 2015.
- KASRAEI, S.; ATEFAT, M.; BEHESHTI, M.; SAFAVI, N.; MOJTAHEDI, M.; REZAEI-SOUFI, L. Effect of surface treatment with carbon dioxide (CO₂) laser on bond strength between cement resin and zirconia. **Journal of lasers in medical sciences**, vol. 5, no. 3, p. 115–120, 2014.
- KASRAEI, S.; REZAEI-SOUFI, L.; HEIDARI, B.; VAFAEE, F. Bond strength of resin cement to CO₂ and Er: YAG laser-treated zirconia ceramic. **Restorative dentistry & endodontics**, vol. 39, no. 4, p. 296–302, 2014.
- KERN, M; BARLOI, A.; YANG, B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. **Journal of Dental Research**, vol. 88, no. 9, p. 817–822, 2009.
- KERN, Matthias; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dental Materials**, vol. 14, no. 1, p. 64–71, 1998.
- KESHVAD, A.; HAKIMANEH, S. M. R. Microtensile Bond Strength of a Resin Cement to Silica-Based and Y-TZP Ceramics Using Different Surface Treatments. **Journal of Prosthodontics**, vol. 27, no. 1, p. 67–74, 2018.
- KIM, M.-J.; KIM, Y. K.; KIM, K.-H.; KWON, T.-Y. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. **Journal of dentistry**, vol. 39, no. 11, p. 795–803, 2011.
- KUMBULOGLU, O.; LASSILA, L. V. J.; USER, A.; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. **Operative dentistry**, vol. 31, no. 2, p. 248–255, 2006.

- LIN, Y.; SONG, X.; CHEN, Y.; ZHU, Q.; ZHANG, W. Effect of Er: YAG laser irradiation on bonding property of zirconia ceramics to resin cement. **Photomedicine and laser surgery**, vol. 31, no. 12, p. 619–625, 2013.
- LIU, L.; LIU, S.; SONG, X.; ZHU, Q.; ZHANG, W. Effect of Nd: YAG laser irradiation on surface properties and bond strength of zirconia ceramics. **Lasers in medical science**, vol. 30, no. 2, p. 627–634, 2015.
- LÜTHY, H.; LOEFFEL, O.; HAMMERLE, C. H. F. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. **Dental Materials**, vol. 22, no. 2, p. 195–200, 2006.
- MADEIRA, S.; BARBOSA, A.; MOURA, C. G.; BUCIUMEANU, M.; SILVA, F. S.; CARVALHO, O. Aunps and Agunps-functionalized zirconia surfaces by hybrid laser technology for dental implants. **Ceramics International**, vol. 46, no. 6, p. 7109–7121, 2020.
- MAHMOODI, N.; HOOSHMAND, T.; HEIDARI, S.; KHOSHRO, K. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental zirconia ceramic to resin cements. **Lasers in medical science**, vol. 31, no. 2, p. 205–211, 2016.
- MATINLINNA, J. P.; HEIKKINEN, T.; ÖZCAN, M.; LASSILA, L. V. J.; VALLITTU, P. K. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. **Dental Materials**, vol. 22, no. 9, p. 824–831, 2006.
- MATTIELLO, R. D. L.; COELHO, T. M. K.; INSAURRALDE, E.; COELHO, A. A. K.; TERRA, G. P.; KASUYA, A. V. B.; FAVARÃO, I. N.; GONÇALVES, L. de S.; FONSECA, R. B. A review of surface treatment methods to improve the adhesive cementation of zirconia-based ceramics. **ISRN Biomaterials**, vol. 2013, p. 1–10, 2013.

- MAY, L. G.; PASSOS, S. P.; CAPELLI, D. B.; ÖZCAN, M.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, vol. 95, no. 1, p. 69–74, 2010.
- MCLAREN, E. A.; LAWSON, N.; CHOI, J.; KANG, J.; TRUJILLO, C. New High-Translucent Cubic-Phase-Containing Zirconia: Clinical and Laboratory Considerations and the Effect of Air Abrasion on Strength. **Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, NJ: 1995)**, vol. 38, no. 6, p. e13, 2017.
- MELO, R. M.; ÖZCAN, M.; BARBOSA, S. H.; GALHANO, G.; AMARAL, R.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Bond strength of two resin cements on dentin using different cementation strategies. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, vol. 22, no. 4, p. 262–268, 2010.
- MIYAZAKI, T.; NAKAMURA, T.; MATSUMURA, H.; BAN, S.; KOBAYASHI, T. Current status of zirconia restoration. **Journal of prosthodontic research**, vol. 57, no. 4, p. 236–261, 2013.
- MOURA, C. G.; PEREIRA, R.; BUCIUMEANU, M.; CARVALHO, O.; BARTOLOMEU, F.; NASCIMENTO, R.; SILVA, F. S. Effect of laser surface texturing on primary stability and surface properties of zirconia implants. **Ceramics International**, vol. 43, no. 17, p. 15227–15236, 2017.
- NAGAOKA, N.; YOSHIHARA, K.; FEITOSA, V. P.; TAMADA, Y.; IRIE, M.; YOSHIDA, Y.; VAN MEERBEEK, B.; HAYAKAWA, S. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. **Scientific reports**, vol. 7, no. 1, p. 1–7, 2017.
- NAKAYAMA, D.; KOIZUMI, H.; KOMINE, F.; BLATZ, M. B.; TANOUE, N.; MATSUMURA, H. Adhesive bonding of zirconia with single-liquid acidic primers and a tri-n-butylborane initiated acrylic resin. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 12,

no. 4, p. 305–10, 2010.

OGURI, T.; TAMAKI, Y.; HOTTA, Y.; MIYAZAKI, T. Effects of a convenient silica-coating treatment on shear bond strengths of porcelain veneers on zirconia-based ceramics. **Dental materials journal**, vol. 31, no. 5, p. 788–796, 2012.

OLIVEIRA-OGLIARI, A.; COLLARES, F. M.; FEITOSA, V. P.; SAURO, S.; OGLIARI, F. A.; MORAES, R. R. Methacrylate bonding to zirconia by in situ silica nanoparticle surface deposition. **Dental Materials**, vol. 31, no. 1, p. 68–76, 2015.

ÖZCAN, M.; BERNASCONI, M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. **J Adhes Dent**, vol. 17, no. 1, p. 7–26, 2015.

ÖZCAN, M.; NIJHUIS, H.; VALANDRO, L. F. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. **Dental Materials Journal**, vol. 27, no. 1, p. 99–104, 2008.

ÖZCAN, M.; VALLITTU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dental Materials**, vol. 19, no. 8, p. 725–731, 2003.

ÖZCAN, M.; VOLPATO, C. A. M. Adhesion to Zirconium Dioxide Used for Dental Reconstructions: Surface Conditioning Concepts, Challenges, and Future Prospects. **Current Oral Health Reports**, vol. 2, no. 4, p. 190–194, 2015.

PARANHOS, M. P. G.; BURNETT JR, L. H.; MAGNE, P. Effect of Nd: YAG laser and CO₂ laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. **Quintessence international**, vol. 42, no. 1, p. 79–89, 2011.

PEREIRA, R. S. F.; MOURA, C. G.; HENRIQUES, B.; CHEVALIER, J.; SILVA, F. S.; FREDEL, M. C. Influence of laser texturing on surface features, mechanical properties and low-temperature degradation behavior of 3Y-TZP. **Ceramics**

International, vol. 46, no. 3, p. 3502–3512, 2020.

PIASCIK, J. R.; SWIFT, E. J.; THOMPSON, J. Y.; GREGO, S.; STONER, B. R.

Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. **Dental Materials**, vol. 25, no. 9, p. 1116–1121, 2009.

PILO, R.; KAITASAS, V.; ZINELIS, S.; ELIADES, G. Interaction of zirconia primers with yttria-stabilized zirconia surfaces. **Dental Materials**, vol. 32, no. 3, p. 353–362, 2016.

PRIETO, M. V.; GOMES, A. L. C.; MARTÍN, J. M.; LORENZO, A. A.; MATO, V. S.; MARTÍNEZ, A. A. The Effect of Femtosecond Laser Treatment on the Effectiveness of Resin-Zirconia Adhesive: An In Vitro Study. **Journal of lasers in medical sciences**, vol. 7, no. 4, p. 214–219, 2016.

QUEIROZ, J. R. C. de; DUARTE, D. A.; FISSMER, S. F.; MASSI, M.; BOTTINO, M. A. Deposition of SiO_x thin films on Y-TZP by reactive magnetron sputtering: influence of plasma parameters on the adhesion properties between Y-TZP and resin cement for application in dental prosthesis. **Materials Research**, vol. 14, p. 212–216, 2011.

QUEIROZ, J. R.; MASSI, M.; NOGUEIRA JR, L.; SOBRINHO, A. S.; BOTTINO, M. A.; OZCAN, M. Silica-based nano-coating on zirconia surfaces using reactive magnetron sputtering: Effect on chemical adhesion of resin cements. **J Adhes Dent**, vol. 15, no. 2, p. 151–159, 2013.

ROTKINA, L.; ZBAEREN, C.; KATSOU LIS, J.; TAKAGAKI, T.; BLATZ, M. Focused Ion Beam (FIB) and Energy Dispersive X-Ray (EDX) Analysis in Adhesive Dentistry. **Microscopy and Microanalysis**, vol. 22, no. S3, p. 1872–1873, 2016.

RUALES-CARRERA, E.; CESAR, P. F.; HENRIQUES, B.; FREDEL, M. C.;

ÖZCAN, M.; VOLPATO, C. A. M. Adhesion behavior of conventional and high-

translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, vol. 31, no. 4, p. 388–397, 2019.

SALEM, R.; EL NAGGAR, G.; ABOUSHELIB, M.; SELIM, D. Microtensile Bond Strength of Resin-bonded High-translucency Zirconia Using Different Surface Treatments. **Journal of Adhesive Dentistry**, vol. 18, no. 3, p. 191–6, 2016.

SCIASCI, P.; ABI-RACHED, F. O.; ADABO, G. L.; BALDISSARA, P.; FONSECA, R. G. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 113, no. 3, p. 212–219, 2015.

SMITH, R. L.; VILLANUEVA, C.; ROTHROCK, J. K.; GARCIA-GODOY, C. E.; STONER, B. R.; PIASCIK, J. R.; THOMPSON, J. Y. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. **Dental Materials**, vol. 27, no. 8, p. 779–785, 2011.

SOARES, C. J.; SOARES, P. V.; PEREIRA, J. C.; FONSECA, R. B. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, vol. 17, no. 4, p. 224–235, 2005.

SOUZA, R.; BARBOSA, F.; ARAÚJO, G.; MIYASHITA, E.; BOTTINO, M. A.; MELO, R.; ZHANG, Y. Ultrathin Monolithic Zirconia Veneers: Reality or Future? Report of a Clinical Case and One-year Follow-up. **Operative dentistry**, vol. 43, no. 1, p. 3–11, 2018.

SPOHR, A. M.; BORGES, G. A.; JÚNIOR, L. H. B.; MOTA, E. G.; OSHIMA, H. M. S. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd: YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. **Photomedicine and laser surgery**, vol. 26, no. 3, p. 203–208, 2008.

STÜBINGER, S.; HOMANN, F.; ETTER, C.; MISKIEWICZ, M.; WIELAND, M.; SADER, R. Effect of Er: YAG, CO₂ and diode laser irradiation on surface properties of zirconia endosseous dental implants. **Lasers in Surgery and Medicine: The Official Journal of the American Society for Laser Medicine and Surgery**, vol. 40, no. 3, p. 223–228, 2008.

SUBAŞI, M. G.; İNAN, Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. **Lasers in medical science**, vol. 29, no. 1, p. 19–27, 2014.

SULAIMAN, T. A.; ABDULMAJEED, A. A.; DONOVAN, T. E.; COOPER, L. F.; WALTER, R. Fracture rate of monolithic zirconia restorations up to 5 years: A dental laboratory survey. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 116, no. 3, p. 436–439, 2016.

TANAKA, R.; FUJISHIMA, A.; SHIBATA, Y.; MANABE, A.; MIYAZAKI, T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. **Journal of dental research**, vol. 87, no. 7, p. 666–670, 2008.

THOMPSON, J. Y.; STONER, B. R.; PIASCIK, J. R.; SMITH, R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? **Dental Materials**, vol. 27, no. 1, p. 71–82, 2011.

TONG, H.; TANAKA, C. B.; KAIZER, M. R.; ZHANG, Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area. **Ceramics international**, vol. 42, no. 1, p. 1077–1085, 2016.

TZANAKAKIS, E.-G. C.; TZOUTZAS, I. G.; KOIDIS, P. T. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 115, no. 1, p. 9–19, 2016.

URAL, Ç.; KALYONCUOĞLU, E.; BALKAYA, V. The effect of different power outputs of carbon dioxide laser on bonding between zirconia ceramic surface and resin

- cement. **Acta Odontologica Scandinavica**, vol. 70, no. 6, p. 541–546, 2012.
- USUMEZ, A.; HAMDEMIRCI, N.; KOROGLU, B. Y.; SIMSEK, I.; PARLAR, O.; SARI, T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. **Lasers in medical science**, vol. 28, no. 1, p. 259–266, 2013.
- VALANDRO, Luiz F; ÖZCAN, M.; AMARAL, R.; VANDERLEI, A.; BOTTINO, M. A. Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. **Dental materials journal**, vol. 27, no. 6, p. 849–855, 2008.
- VALANDRO, Luiz Felipe; ÖZCAN, M.; AMARAL, R.; LEITE, F. P. P.; BOTTINO, M. A. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. **International Journal of Prosthodontics**, vol. 20, no. 1, p. 70–2, 2007.
- VICENTE, M.; GOMES, A. L.; MONTERO, J.; ROSEL, E.; SEOANE, V.; ALBALADEJO, A. Influence of cyclic loading on the adhesive effectiveness of resin-zirconia interface after femtosecond laser irradiation and conventional surface treatments. **Lasers in surgery and medicine**, vol. 48, no. 1, p. 36–44, 2016.
- VOLPATO, C. A. M.; CARVALHO, O.; ÖZCAN, M.; FREDEL, M. C.; SILVA, F. S. Effect of laser irradiation on the adhesion of resin-based materials to zirconia: a systematic review and meta-analysis. **Journal of Adhesion Science and Technology**, vol. 35, no. 10, p. 1035–1056, 2021.
- WANDSCHER, V. F.; PROCHNOW, C.; RIPPE, M. P.; DORNELES, L. S.; CALLEGARI, G. L.; BALDISSARA, P.; SCOTTI, R.; VALANDRO, L. F. Retentive Strength of Y-TZP Crowns: Comparison of Different Silica Coating Methods on the Intaglio Surfaces. **Operative dentistry**, vol. 42, no. 5, p. E121–E133, 2017.
- XIBLE, A. A.; DE JESUS TAVAREZ, R. R.; DE ARAUJO, C. dos R. P.;

- BONACHELA, W. C. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. **The Journal of prosthetic dentistry**, vol. 95, no. 3, p. 224–229, 2006.
- 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. **Journal of prosthodontic research**, vol. 62, no. 2, p. 204–209, 2017.
- YAN, Y.; JI, Y.; YAN, J.; HU, X.; ZHANG, Q.; LIU, M.; ZHANG, F. Atomic layer deposition SiO₂ films over dental ZrO₂ towards strong adhesive to resin. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, vol. 114, p. 104197, 2021.
- YAO, C.; YU, J.; WANG, Y.; TANG, C.; HUANG, C. Acidic pH weakens the bonding effectiveness of silane contained in universal adhesives. **Dental Materials**, vol. 34, no. 5, p. 809–818, 2018.
- YUKIKO, T.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. **Dental materials journal**, vol. 25, no. 4, p. 669–674, 2006.
- YUN, J.; HA, S.; LEE, J.; KIM, S. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. **dental materials**, vol. 26, no. 7, p. 650–658, 2010.
- ZHANG, Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. **Dental materials**, vol. 30, no. 10, p. 1195–1203, 2014.
- ZHANG, Y.; LAWN, B. R.; REKOW, E. D.; THOMPSON, V. P. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, vol. 71, no. 2, p. 381–386, 2004.
- ZHU, W. Y.; SU, Y. X.; POW, E. H. N.; YANG, W. F.; QIN, L.; CHOI, W. S. “Three-

in-one” patient-specific surgical guides for simultaneous dental implants in fibula flap jaw reconstruction: A prospective case series. **Clin Implant Dent Relat Res**, vol. 23, no. 1 ed. 2020/11/13, p. 43–53, 2021. <https://doi.org/10.1111/cid.12954>

APÊNDICE A - METODOLOGIA ESTENDIDA

Preparação dos espécimes e condicionamento de superfície

Espécimes de uma zircônia translúcida foram produzidas a partir de uma zircônia em pó estabilizada com 9,41wt% de ítria (Zpex Smile, Tosoh, Japão). Os espécimes foram preparados por meio de prensagem em um molde de 18mm de diâmetro onde foi aplicada uma pressão de 200MPa. Após, os espécimes foram sinterizados a 1500°C por 8h em um forno (Zirkonofen 700 ultra-vacuum; Zirkonzahn – Gais, Itália) com taxas de aquecimento e resfriamento de 5° por minuto. As dimensões finais dos espécimes, após a sinterização, foram de 14,5mm de diâmetro e 2mm de altura.

Tratamento mecânico convencional da superfície dos espécimes

Os espécimes de zircônia foram submetidos a tratamento mecânico convencional por meio de duas estratégias:

- A) Jateamento de partículas de óxido de alumínio (50µm) (Bio Art Dental Equipment, São Carlos, Brasil) com uma pressão de 2.5 bar, a 10mm de distância da superfície da zircônia, durante 20 segundos.
- B) Tratamento triboquímico: jateamento de partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (30µm) (Cojet™ Sand, 3 M ESPE; Irvine, Califórnia), com uma pressão de 2.5 bar, durante 20 segundos, a uma distância de 10mm até a superfície da zircônia.

Os tratamentos de superfície convencionais foram realizados igualmente nos dois lados dos espécimes de zircônia.

Tratamento da superfície dos espécimes por estruturação à laser

O tratamento da superfície dos espécimes de zircônia foi realizado utilizando um

laser Nd:YAG (OEM Plus, Sisma S.p.A, Vicenza - Itália), perpendicular à superfície, com as seguintes características: 6W de potência, 1064nm de comprimento de onda, duração de pulso de 36ns, frequência de 20kHz e energia de pulso máxima de 0,3mJ. Diferentes padrões foram projetados usando o software Inkscape (Software Freedom Conservancy, Inc., Nova Iorque, EUA) e os parâmetros do laser foram controlados pelo software Sisma Laser Controller (SLC) (Sisma S.p.A, Vicenza - Itália).

A estruturação da superfície a laser foi dividida em duas fases piloto: (1) avaliação dos parâmetros do laser e, (2) avaliação dos projetos de microestruturação. Para a fase 1, padrões lineares simples com separação de linhas de 20, 25 e 30 μ m foram avaliados sob diferentes parâmetros arbitrários de potência (%) velocidade (mm/s) e número de passagens (n) a fim de analisar o efeito do laser sobre as superfícies de zircônia. Foram estudados diferentes valores para cada parâmetro: potência (25, 50, 100); velocidade (64, 128, 256); e o número de passagens (10, 20, 40). As combinações de todos estes parâmetros foram realizadas em pequena escala (Figura 1).

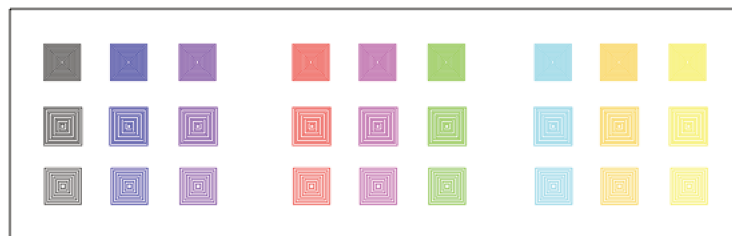


Fig. 1. Combinação de padrões em pequena escala.

A morfologia da superfície de zircônia obtida na fase 1 da estruturação a laser foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (ITACHITM3030, Krefeld, Alemanha). Foram encontradas morfologias diferentes em relação aos diferentes parâmetros testados. Entre eles, algumas combinações permitiram mudanças morfológicas apropriadas, padrões bem definidos, formação de poros e formação

mínima de microfissuras na superfície de zircônia (Figura 2).

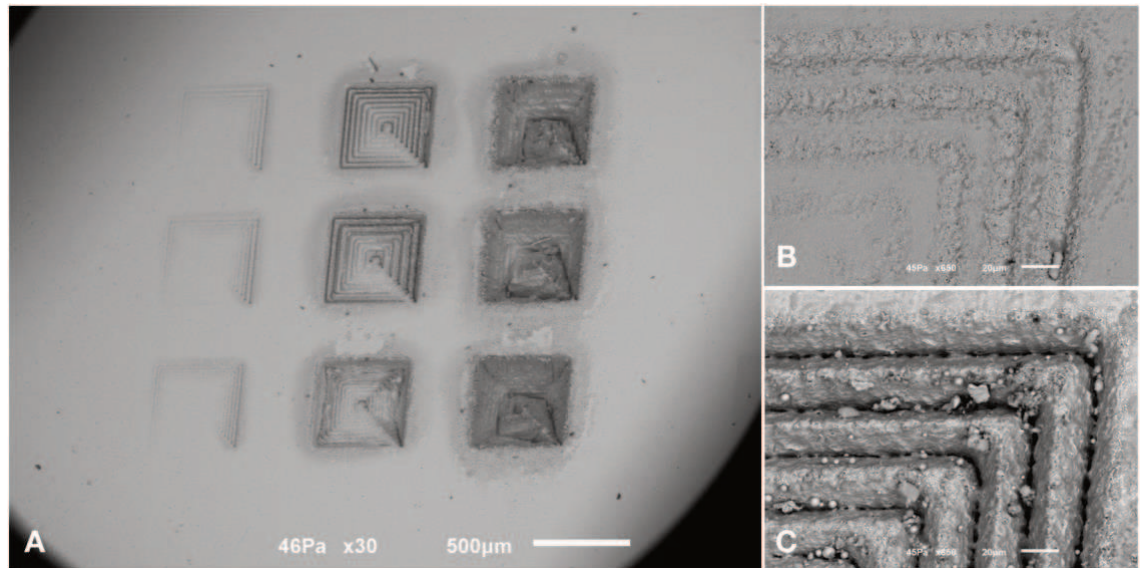


Fig. 2. Imagens representativas por microscopia eletrônica de varredura dos espécimes tratadas na fase 1. A) Padrões em pequena escala de diferentes combinações de parâmetros. B) Padrão não bem definido após estruturação a laser (P 50; S 256; n 20). C) Padrão bem definido na superfície de zircônia após estruturação a laser (P 25; S 64; n 20)

Com base nos resultados da fase 1, foram definidos parâmetros de potência total (PPT) de 8J/mm para os padrões com maior distância entre as linhas, no entanto, 0,8J/mm foi definido para os padrões com linhas mais próximas. Para essa finalidade, foi utilizada a seguinte equação:

$$\text{Parâmetros de Potência Total (PPT)} = \frac{\text{Potência} \times \text{Número de passagens}}{\text{Velocidade}} \text{ [J/mm]}$$

Foram feitos pequenos ajustes para trabalhar com números inteiros como detalhado na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros de lasers testados na fase 2.

PPT	Potência (%)	Velocidade mm/s	Número de Passagens
8 J/mm	25	60	20
	100	200	16
	100	100	8
	100	50	4
0.8 J/mm	50	60	1
	100	120	1
	100	250	2

Igualmente, os resultados da fase 1 permitiram a criação de três projetos de microestruturação lineares baseados em experiências previas: super grade (configuração reticulada com 16 linhas em cada direção) (FARIA *et al.*, 2020); grade e linhas, (Figura 3) para serem avaliados na fase 2 a fim de obter padrões macro e micro. Grades e linhas com um espaço entre elas variando de $3\mu\text{m}$ a $100\mu\text{m}$ foram projetadas para este fim.

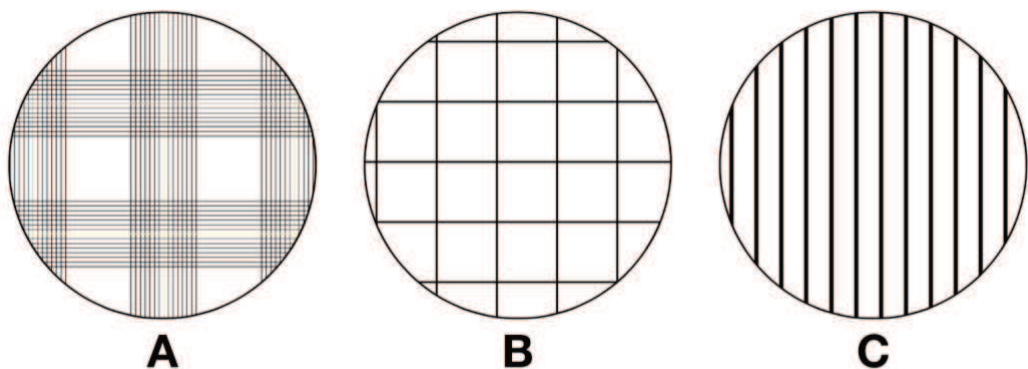


Fig. 3. Padrões lineares para texturizar a superfície da zircônia. A) super grade, B) grade e C) linhas.

Baseado nos mesmos parâmetros avaliados na fase 1 (morfológicas apropriadas, padrões bem definidos, formação de poros e formação mínima de micro fissuras na superfície de zircônia), foi possível selecionar os parâmetros de laser mais apropriados para cada um dos padrões testados (A, B, C) (Tabela 2)

Tabela 2 - Parâmetros selecionados para cada padrão após análise da fase 2.

Padrão	Potência (%)	Velocidade (mm/s)	Número de Passagens	Distância entre as linhas (µm)
Super Grade*	100	200	1	100
	100	180	1	100
	100	160	1	100
	100	140	1	100
	100	120	2	100
	100	100	3	100
	100	80	4	100
	100	60	5	100
	100	40	6	100
	100	20	7	100
Grade	25	60	20	30
Linhas	50	60	1	10

* Os parâmetros da Super Grade foram utilizados sequencialmente para obter o padrão estabelecido. Baseado no trabalho de FARIA *et al.*, 2020.

Uma vez definidos os tratamentos de superfície por estruturação a laser, os

espécimes de zircônia receberam o tratamento com os mesmos parâmetros e padrões nos dois lados (Figura 4).

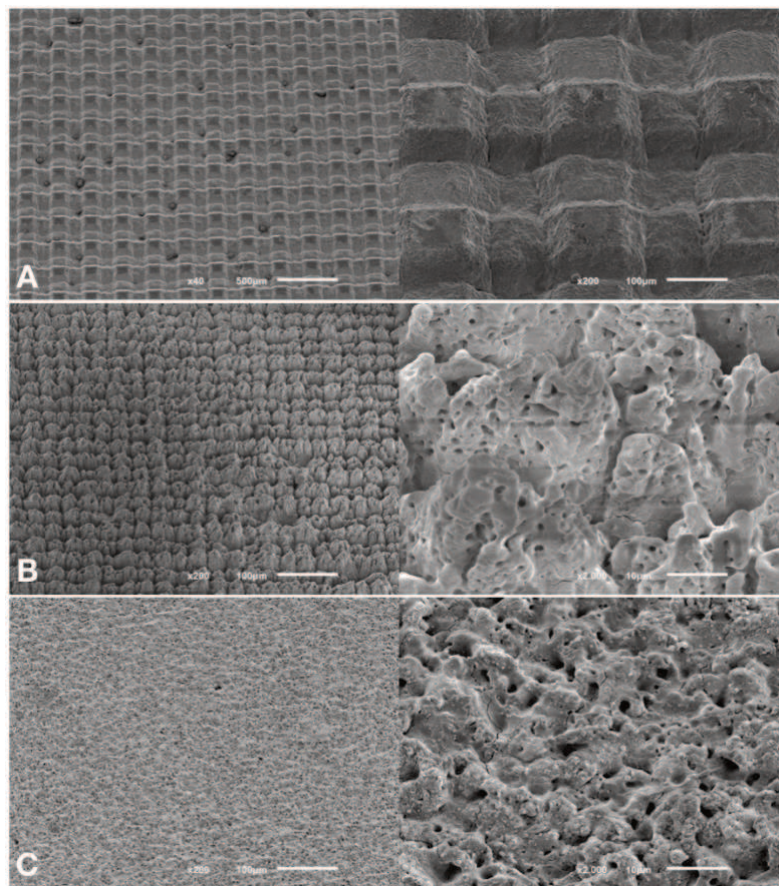


Fig. 4. Imagens representativas de microscopia eletrônica de varredura em diferentes ampliações dos tratamentos de superfície definidos após análise da fase 2. Foram identificadas mudanças na morfologia da superfície para cada projeto linear. A) super grade, B) grade e C) linhas.

Após a estruturação do laser, a superfície da zircônia adquiriu uma cor escura, pois uma pequena camada de materiais perde oxigênio devido às altas temperaturas e taxas de resfriamento rápido. Para conseguir a recuperação de oxigênio e restaurar a cor característica da zircônia, um tratamento térmico a 900°C durante 30 min foi aplicado (Chamber furnace, Termolab, Águeda – Portugal).

Deposição de Sílica

Nanopartículas de sílica foram obtidas através da ablação a laser de um alvo de placas de silício usando um laser Nd:YAG de alta potência (OEM Plus, Sisma S.p.A, Vicenza - Itália) (MADEIRA *et al.*, 2020) com uma potência de saída de 6W, um tamanho de ponto de 3mm, uma largura de pulso de 35ns, operado à taxa de repetição de 20kHz. A potência do laser foi de 0,3mJ/pulso e o comprimento de onda fundamental utilizado foi de 1064nm, o raio laser foi focalizado na superfície de silício usando uma lente de quartzo fundido ($f = 160\text{mm}$). A placa silício foi colocada dentro de um recipiente de vidro contendo etanol em um volume de 10mL com o objetivo de cobrir o alvo 7mm acima. Durante a ablação, o etanol foi agitado para manter as partículas abladadas fora do caminho do feixe em um processo com duração de 11 min (Figura 5).

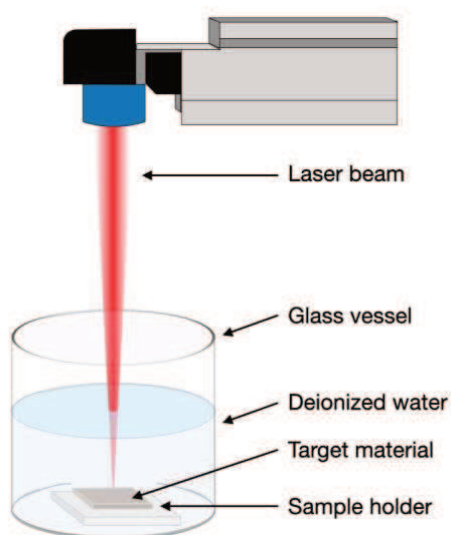


Fig. 5. Representação esquemática da técnica de ablação a laser em meios líquidos

As nanopartículas obtidas foram depositadas, através de um processo de reco. Os espécimes foram submersos cinco vezes na solução enriquecida com sílica e deixadas secar à temperatura ambiente (20°C). Após realizar o recobrimento por imersão, os espécimes foram submetidos a duas estratégias para a fixação das nanopartículas: (1)

sinterização utilizando um laser de CO₂ de onda contínua (BD-30C, Bende, China) ou (2) sinterização convencional a 1500°C durante 8h com uma taxa de aquecimento de 5°C/min (Zirkonofen 700 ultra-vácuo; Zirkonzahn – Gais, Itália).

As estratégias de deposição de sílica ofereceram resultados diferentes com relação ao mecanismo de sinterização empregado após o recobrimento por imersão. A formação de microfissuras e uma perda da morfologia obtida foi evidenciada após a sinterização de CO₂. Por outro lado, uma superfície melhor mantida e uma deposição homogênea de sílica foi evidente após a sinterização convencional no forno (Figura 6).

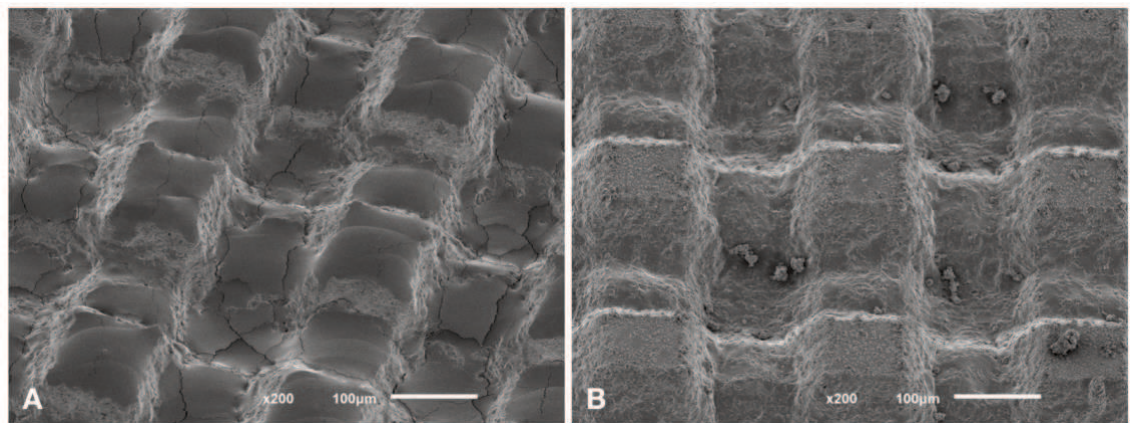


Fig. 6. Imagens de microscopia eletrônica de varredura representativa dos espécimes após a deposição de sílica através de recobrimento por imersão. A) Formação de microfissuras e perda das características da superfície após a sinterização de CO₂. B) Melhor manutenção da morfologia e distribuição de sílica sobre a superfície após a sinterização convencional no forno.

Uma vez evidenciada a melhor estratégia (sinterização convencional no forno), metade dos espécimes que receberam tratamento mecânico por estruturação a laser foram adicionalmente tratadas com deposição de sílica na superfície.

Divisão dos grupos

Os espécimes de zircônia altamente translúcida foram separados em grupos, de acordo com os tratamentos de superfície empregados (Tabela 3):

Tabela 3 - Divisão dos grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento de superfície.

Grupo	Tratamento de Superfície
AO	Jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μ m)
T	Tratamento triboquímico com partículas de óxido de alumínio cobertas por sílica (50 μ m)
L100	Nd:YAG – Padrão: Super grade
L30	Nd:YAG – Padrão: Grade
L10	Nd:YAG – Padrão: Linhas
L100s	Nd:YAG + Deposição de SiO ₂ – Padrão: Super grade
L30s	Nd:YAG + Deposição de SiO ₂ – Padrão: Grade
L10s	Nd:YAG + Deposição de SiO ₂ – Padrão: Linhas

Caracterização dos espécimes

Rugosidade superficial

Espécimes adicionais foram obtidos de todos os grupos para a análise de rugosidade. Foi avaliado o parâmetro de rugosidade superficial (S_a), que consiste no valor da média aritmética entre os valores de altura do pico e vale no perfil efetivo de rugosidade das superfícies de zircônia. A avaliação da rugosidade superficial foi realizada utilizando um interferômetro de luz branca (Newview 7300, Zygo Corporation - Connecticut, EE.UU.) com uma ampliação que cobre uma área de 4mm². Foi

determinado o desvio médio aritmético do perfil de rugosidade (S_a) para cada espécime, com base em 48 medidas lineares.

Difração de raios X

Os espécimes de todos os grupos foram submetidos à quantificação de fases cristalográficas usando a análise de difração de raios X (DRX). Os espectros de DRX foram coletados usando um difratômetro de raios X (XRD D8 Advance, Bruker Corporation – Massachusetts, EE.UU.), a 40 kV e 30 mA, utilizando a radiação $CuK\alpha$. A faixa de ângulos do 2θ foi de 20 a 80, com um passo de 0,021 e um tempo de passo de 2 segundos.

Procedimento adesivos e processamento dos espécimes

Para realizar a cimentação adesiva, foram fabricados espécimes de resina (Opallis; FGM, Joinville, Brasil) com dimensões de $10,0 \times 10,0 \times 6,0\text{mm}^3$ (Figura 7). Estes espécimes foram polidos com papéis de carboneto de silício de 400 grãos e depois limpos por ultrassom com água destilada por 20 minutos.

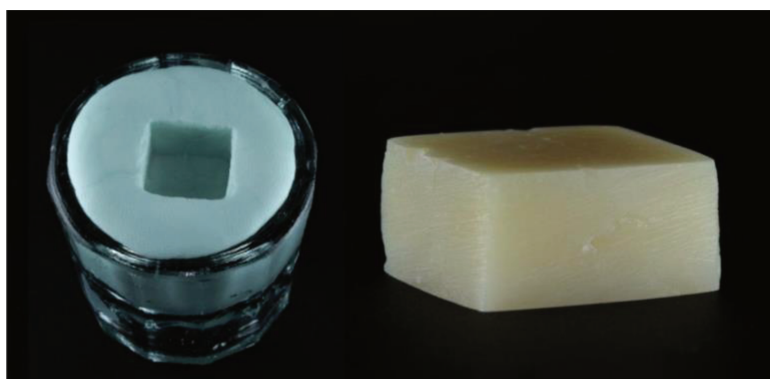


Fig. 7. Molde de silicone para a confecção de blocos de resina composta. Bloco de resina composta com dimensões de $10 \times 10 \times 6\text{mm}$.

Em seguida, a cimentação adesiva entre os espécimes de resina e os exemplares

de zircônia foi realizada utilizando um primer para cerâmica com conteúdo de MDP (Clearfill; Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão) e um cimento de resina de polimerização dual com conteúdo de MDP (PANAVIA™ F 2.0; Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão), seguindo as instruções do fabricante. Os espécimes de zircônia receberam os agentes adesivos em ambos lados para depois serem unidos aos blocos de resina sob uma carga fixa de 20N. O excesso de cimento resinoso foi removido com um pincel e, em seguida, cada lado dos exemplares foi fotopolimerizado por 40 segundos com uma unidade de polimerização LED (Optilight Max; Gnatus Equipamentos Médico-Odontológicos, São Paulo, Brasil) com uma luz com intensidade de 1200 mW/cm². Os conjuntos (resina + zircônia + resina) foram deixados em descanso por 5 minutos para completar a autopolimerização. As montagens, em um número de 6 para cada grupo, foram armazenadas em água destilada a uma temperatura de 37°C antes de serem seccionadas.

Microbarras com áreas de secção transversal de 1mm² foram obtidas por meio de duas secções perpendiculares usando um dispositivo de corte de precisão (Isomet; Buehler, An ITW Company, IL, EUA) e um disco revestido de diamante (IsoMet Blade, 15HC, 127mm; Buehler, An ITW Company, IL, EUA) (Figura 8).

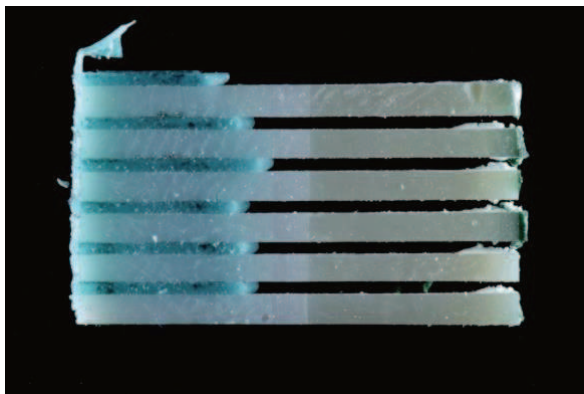


Fig. 8. Barras com área de cimentação de aproximadamente de 1mm².

Durante o corte foi utilizada uma refrigeração abundante de água, e foi realizada

com uma velocidade máxima de 300rpm para reduzir a perda de microbarras (Figura 9). Os dados pré-falha foram coletados durante essa etapa.

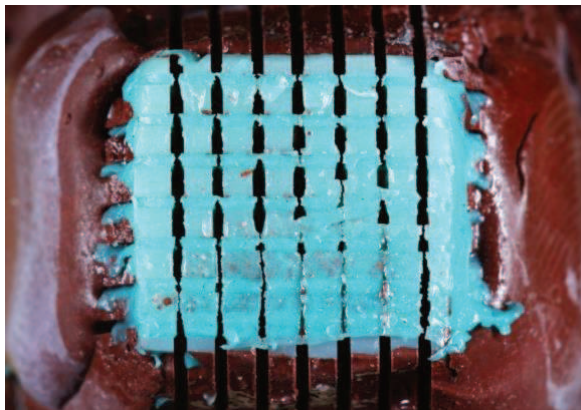


Fig. 9. Blocos incluídos em godiva sendo seccionados com a máquina de corte em baixa velocidade. É observada a presença de polivinilsiloxano em consistência leve entre o espaço criado pelos primeiros cortes para facilitar os seguintes transversais.

Envelhecimento dos espécimes

Metade das microbarras de cada grupo foram armazenadas em água destilada à temperatura ambiente durante 24 horas antes do teste microtração. A outra metade foi submetida ao envelhecimento por meio de armazenamento em água por 365 dias.

Teste de microtração (μ TBS)

A área das microbarras foi mensurada usando um paquímetro digital (Figura 10), e depois, foram aderidas na unidade de fixação usando cola de cianoacrilato (Almasuper; Almata Ind. e Com. Ltda., Curitiba, Brasil) com o cuidado de localizar igualmente as interfaces resina-zircônia no espaço livre da unidade de fixação.



Fig. 10. Área transversal das barras sendo mensurada com paquímetro digital.

O teste de microtração foi realizado em uma máquina de teste universal (Instron 4444; Illinois Tool Works Inc., MA, EUA) a uma velocidade de 1.0mm/minuto (Figura 11). Dados de pré-falha foram coletados durante a condução do teste.



Fig. 11. Microbarra posicionada na unidade de fixação sendo testada na máquina universal de ensaios.

Microscopia eletrônica de varredura e análise da interface adesiva

Todas as microbarras fraturadas foram revestidas com ouro e examinadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (HITACHI Tabletop Microscope TM3030; Hitachi, Ltd., Tokyo, Japão) para avaliar se as falhas eram adesivas (falha total ou parcial no adesivo ou descolamento do adesivo da superfície), coesivas (falha parcial ou total na superfície da zircônia ou na resina), ou mistas (combinação de falha adesiva e coesiva). Embora houvesse duas interfaces adesivas, apenas o lado que sofreu a falha foi avaliado. Também foi realizada uma avaliação quantitativa da área remanescente do adesivo (ARA) usando o software de análise de imagens de fonte aberta ImageJ (Version 1.51m9; National Institutes of Health, MD, EUA).

Análise de dados

Para analisar a rugosidade superficial, os valores de S_a de cada espécime foram avaliados. As frações de fase de zircônia foram identificadas pelo método de refinamento Rietveld usando o software MAUD (Materials Analysis Using Diffraction). No caso da resistência a flexão, a tensão de tração máxima σ_{max} foi analisada. Os valores de resistência adesiva (em MPa) foram mensurados calculando a força aplicada no momento da falha (Newton), dividida pela área da secção transversal (em mm^2), também o módulo de Weibull (m) foi calculado a partir dos valores de resistência adesiva (MPa). Para todos os testes listados, as diferenças entre as médias foram analisadas utilizando os testes unidirecionais da ANOVA e Tukey ($\alpha=.05$).

Os valores de ARA foram obtidos a partir das áreas preenchidas pelo agente

cimentante de cada microbarra após a fratura. Em seguida, as áreas foram transformadas em porcentagens e a média e o desvio padrão para cada grupo foram calculados.

APÊNDICE B – TABELAS DE RESULTADOSTabela 4 - Valores de rugosidade de superfície (Sa) em micrômetros (μm) (média \pm SD).

Grupo	Rugosidade de superfície (Sa)
AO	$0,26 \pm 0,001^a$
T	$0,22 \pm 0,021^a$
L100	$28,63 \pm 0,585^c$
L30	$2,23 \pm 0,579^b$
L10	$0,99 \pm 0,038^{a,b}$
L100s	$30,53 \pm 0,513^d$
L30s	$1,99 \pm 0,226^b$
L10s	$0,86 \pm 0,031^{a,b}$

Tabela 5 - Dados de pré-falha durante processamento dos espécimes e durante o teste de microtração.

Grupo	Pré-falha - processamento (%)	Pré-falha - teste de microtração (%)	
		Não envelhecidos	Envelhecidos
AO	0,00	0,00	0,00
T	0,00	0,00	0,00
L100	32,96	0,00	0,00
L30	0,00	0,00	0,00
L10	67,38	35,00	45,00
L100s	30,95	25,00	40,00
L30s	43,91	0,00	0,00
L10s	100,00	N/A	N/A

Tabela 6 - Resistência adesiva (MPa) (média \pm SD) e módulo de Weibull (m) (intervalo de confiança de 95%).

Grupo	Não envelhecidos			Envelhecidos		
	Resistência adesiva (MPa)	m	n	Resistência adesiva (MPa)	m	n
AO	15,73 \pm 4,15 ^{b,c,d}	3,02	20	6,56 \pm 3,47 ^{e,f,g}	1,63	20
T	22,49 \pm 6,06 ^a	3,85	20	18,13 \pm 5,34 ^{a,b}	3,01	20
L100	15,71 \pm 5,96 ^{b,c,d}	2,53	20	11,55 \pm 3,84 ^{c,d,e}	2,11	20
L30	16,64 \pm 6,99 ^{b,c}	1,91	20	7,38 \pm 4,56 ^{e,f,g}	1,41	20
L10	10,99 \pm 6,14 ^{c,d,e}	1,21	13	10,61 \pm 2,74 ^{d,e,f}	0,38	11
L100s	4,05 \pm 2,13 ^g	1,55	15	5,04 \pm 1,24 ^{f,g}	2,78	12
L30s	15,26 \pm 6,43 ^{b,c,d}	2,21	20	11,49 \pm 4,93 ^{c,d,e}	1,72	20
L10s	N/A	N/A	0	N/A	N/A	0

Tabela 7 - Área adesiva remanescente (ARA) e percentual de falha registrada.

Grupo	% de falhas mistas*		ARA (%)	
	Não envelhecidos	Envelhecidos	Não envelhecidos	Envelhecidos
AO	100,00	8,33	75,78 ± 14,87	15,96 ± 18,93
T	100,00	90,01	78,34 ± 8,90	52,89 ± 33,72
L100	100,00	18,18	54,81 ± 19,93	24,63 ± 24,81
L30	100,00	77,78	87,29 ± 24,40	77,74 ± 41,07
L10	50,00	0,00	35,85 ± 33,99	2,54 ± 1,09
L100s	0,00	0,00	5,71 ± 5,83	3,33 ± 4,48
L30s	90,91	36,36	73,95 ± 28,25	52,72 ± 48,15
L10s	N/A	N/A	N/A	N/A

* A porcentagem restante representa falhas adesivas.

**APÊNDICE C – PROJETOS DESENVOLVIDOS RELACIONADOS AO TEMA
(CERÂMICAS)**

In: Ceramic Materials
Editor: Jacqueline Perez

ISBN: 978-1-63485-965-3
© 2017 Nova Science Publishers, Inc.

Chapter 5

**AN UPDATE OF CURRENT KNOWLEDGE ON
ADHESION TO ZIRCONIA DENTAL
RESTORATIONS**

***M. L. P. D. Engler¹, E. Ruales¹, M. Özcan²
and C. A. M. Volpato^{1,*}***

¹Department of Dentistry, Federal University of Santa Catarina,
Florianópolis, Brazil

²Dental Materials Unit, Center for Dental and Oral Medicine,
Clinic for Fixed and Removable Prosthodontics and Dental Materials Science,
University of Zurich, Zurich, Switzerland

Abstract

Yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) has been used in dentistry in order to manufacture prosthetic frameworks, monolithic crowns and implant abutments due to its superior mechanical properties, biocompatibility, chemical stability and appropriate aesthetics as opposed to other materials. The survival of dental ceramic restorations depends on durable bond strength between the restorative material, composite resin luting cement and the tooth surface. However, it is difficult to establish a durable mechanical or chemical adhesion in zirconia-based prostheses since yttrium-stabilized zirconia is an oxide ceramic that does not contain silicon dioxide (SiO₂) phase in its microstructure. In order to achieve strong and reliable adhesion between resin composite luting cements and zirconia surfaces, it is crucial to

* E-mail address: claudia.m.volpato@ufsc.br (Corresponding author).



RESEARCH ARTICLE

WILEY

Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology

Edwin Ruales-Carrera, DDS, MSc, PhD Student¹ | Paulo F. Cesar DDS, MSc, PhD² |
Bruno Henriques Eng, PhD³ | Márcio C. Fredel Eng, MSc, Dr-Ing³ |
Mutlu Özcan DDS, DMD, PhD⁴ | Claudia A. M. Volpato DDS, MSc, PhD⁵

¹Department of Dentistry, Center for Education and Research in Dental Implants (CEPID), Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

²Department of Dental Materials and Oral Biology, University of São Paulo, São Paulo, Brazil

³Ceramic and Composite Materials Research Laboratory (CERMAT), Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

⁴Dental Materials Unit, Center for Dental and Oral Medicine, Clinic for Fixed and Removable Prosthodontics and Dental Materials Science, University of Zurich, Zurich, Switzerland

⁵Department of Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

Correspondence

Edwin Ruales-Carrera, Center for Education and Research in Dental Implants (CEPID), Federal University of Santa Catarina, Florianópolis 88040-900, Santa Catarina, Brazil.
Email: edwinruales@gmail.com

Abstract

Objective: Evaluate the adhesive behavior of conventional and high-translucent zirconia after surface conditioning and hydrothermal aging.

Materials and Methods: Conventional (ZrC) and high-translucent zirconia (ZrT) specimens were divided into six groups: without surface treatment (ZrC and ZrT), airborne particle abrasion with 50- μm Al_2O_3 sized particles (ZrC-AO and ZrT-AO), and tribochemical treatment with 30- μm silica modified Al_2O_3 sized particles (ZrC-T and ZrT-T). Zirconia specimens were treated using an MDP-containing universal adhesive and bonded to two resins blocks with an adhesive luting cement. Microbar specimens with cross-sectioned areas of 1 mm² were achieved. Half of the microbars were subjected to hydrothermal aging. Bond strength was evaluated by microtensile bond strength test and statistically evaluated by the Weibull analysis.

Results: Roughness of the ZrC-AO and ZrT-AO groups were statistically higher. Bond strength analysis revealed higher bond strength for ZrC-AO and ZrC-T groups compared to ZrT-AO and ZrT-T, respectively. Mixed failure was the most frequent for the mechanically treated groups, while no cohesive failures were obtained.

Conclusion: Lower values of bond strength were obtained for the mechanically treated high-translucent zirconia groups when compared to their conventional zirconia counterparts. Mechanical surface treatment significantly improved the bond strength to conventional and high-translucent zirconia.

Clinical Significance: Mechanical surface treatment (air-borne particle abrasion or tribochemical treatment) associated with the use of universal adhesives containing MDP could provide a durable bonding to conventional and high-translucent zirconia.

KEYWORDS

adhesive cementation, high-translucent zirconia, microtensile bond strength

1 | INTRODUCTION

Due to its superior mechanical properties, yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (3Y-TZP) is one of the most suitable ceramic

materials for use as prosthetic frameworks and implant abutments.^{1,2} Although 3Y-TZP (first generation zirconia) is still the most used by clinicians, the fact that it is white and opaque greatly reduces its clinical indications.³ In order to minimize such optical limitations,

Optical Behavior of Zirconia-Based Restorations Over Teeth and Implants in the Esthetic Zone: A Clinical Report

Caroline F. Rafael, DDS, MSc, PhD; Rodrigo M. Ferreira, DDS, MSc Student; Bernardo B. Passoni, DDS, MSc, PhD; Edwin Ruales-Carrera, DDS, MSc, PhD Student; Cesar A. Benfatti, DDS, MSc, PhD; Anja Liebermann, DDS, MSc, PhD; and Claudia A. Volpato, DDS, MSc, PhD

Abstract: While various zirconia-based alternatives are available today for the restoration of teeth and implants in the esthetic zone, each treatment approach could result in different optical behavior. To clinically demonstrate these differences, this case report describes a rehabilitation in the esthetic zone using several options of teeth- and implant-supported restorations. Conventional veneered zirconia crowns, high-translucent monolithic zirconia crowns, and minimally veneered high-translucent zirconia crowns were proposed and assessed under different light sources before cementation. The patient and clinical team achieved consensus on the minimally veneered high-translucent zirconia crowns, which were then cemented and have performed well over both tooth and implant substrates.

Today in dentistry minimally invasive tooth extraction followed by immediate implant placement is a frequently used technique to replace compromised teeth.^{1,2} Recommendations that have been discussed in the literature for obtaining predictable results include avoiding the use of flap releasing,² minimizing trauma during tooth extraction, placing the implant in a palatal position, and filling the bone-implant gap with bone substitute to preserve the buccal wall.^{1,2} Adherence to these recommendations combined with the use of Morse-tapered frictional implants should lead to improved biological results with regard to soft- and hard-tissue stability.¹ However, even with an optimally appearing pink esthetic, obtaining a global esthetic result over teeth and implants is highly dependent on, among other things, the choice of restorative material.

Along with the advancement of CAD/CAM technologies, new ceramic materials have been introduced to overcome some limitations of metal-ceramic restorations.³ For example, zirconia-based materials are widely used in dental practice because of their good optical and mechanical differentiation properties.⁶ Allotropic characteristics of zirconia allow this material to exist in different crystalline phases depending on the temperature.⁷ Yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP), which is the most-used zirconia, contains 1 to

3 mol% yttrium oxide to allow it to maintain its tetragonal phase at room temperature and show high fracture strength (>1 GPa) and toughness (>4-6 MPa / m^{1/2}).⁶ Y-TZP is versatile, ranging in applications from fixed dental prostheses (FDPs), to intracanal posts, to orthodontic brackets, and implants and implant abutments.^{8,9}

Even conventional, or first-generation, zirconia continues to be widely used. It presents some optical limitations, which are mainly related to its white opaque color and reduced transmittance and lack of fluorescence, which are key aspects to recreating natural-appearing restorations.^{10,11}

To enable conventional zirconia to achieve natural shade, fluorescence, and opalescence characteristics, veneering with feldspathic ceramics emerged as an option.¹² High rates of veneer chipping, however, are prevalent in bilaminar prostheses, compromising final rehabilitation treatments.¹³ To overcome this problem and avoid chipping, zirconia monolithic restorations are presently frequently indicated. More recently, high-translucent or third-generation zirconia has been introduced with major modifications in its microstructure for the fabrication of monolithic esthetic restorations. These modifications include smaller particle size, higher density, and the presence of up to 53% cubic zirconia in its composition due to an increase of yttrium oxide (approximately 9.3 wt%/5 mol%).^{11,14,15}



Chemical tempering of feldspathic porcelain for dentistry applications: A review

Edwin Ruales-Carrera^a, Marcelo Dal Bó^b, Wenceslau Fernandes das Neves^c,
Márcio Celso Fredel^c, Claudia Angela Maziero Volpato^{a,c}, Dachamir Hotza^{c,d,*}

^a Center for Research and Education on Dental Implants, Department of Dentistry, Federal University of Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, SC, Brazil

^b Federal Institute of Santa Catarina (IFSC), Criciúma, SC, Brazil

^c Laboratory of Ceramic and Composite Materials (CERMAT), Federal University of Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, SC, Brazil

^d Laboratory of Ceramics Processing (PROCER), Department of Chemical Engineering (EQA), Federal University of Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, SC, Brazil

ARTICLE INFO

Keywords:

Feldspathic porcelains
Dental ceramics
Chemical tempering
Ion exchange

ABSTRACT

Feldspathic porcelains are the most used ceramics for esthetic dental restorations due to their superior optical properties and their adhesive behavior, standing out among all the others. However, their mechanical performance is usually not appropriate enough for the oral environment, being chipping and fracture the most commonly reported failures. Different approaches have been suggested to improve their mechanical behavior, including chemical tempering by ion exchange. However, the highlighting of other materials drew attention to this promising process, missing the opportunity to take advantage of the esthetic and adhesive characteristics of feldspathic porcelains in more demanding situations. Chemical tempering by ion exchange has evolved with remarkable improvements, offering new possibilities for feldspathic porcelains. Thus, a contemporary critical perspective is presented.

1. Introduction

Feldspathic porcelains are the most used ceramic materials in dentistry for the manufacture of indirect restorations (inlays, onlays, and veneers), and as a veneering material for bilayer prostheses over metallic or ceramic infrastructures [1,2]. This is due to their superior optical properties, which allow technicians to simulate the color, translucency, and fluorescence of natural teeth [3]. Moreover, porcelain also exhibits good chemical stability, elevated wear resistance, radiopacity, biocompatibility [4,5], as well as outstanding adhesive characteristics [6,7].

When indirect feldspathic porcelain restorations are subjected to oral function, they may fail due to microleakage or debonding; however, chipping or fracture have been reported as the most frequent causes of failure [8]. A cumulative survival rate of around 60% for feldspathic onlays and feldspathic veneers after 6 and 10 years respectively was reported in the literature, with fractures being the cause of failure in 16% of onlays and 11% of veneers [9,10]. Clinical studies have reported fracture rates up to 48% of feldspathic inlays during evaluation periods of up to 3 years [11,12].

In some critical scenarios, the thickness of the ceramic restorations should be minimal (between 0.4 and 0.6 mm) [13]. These thin restorations nowadays are more frequent in the clinical practice, as there is an increase of patients facing tooth wear rather than cavities or other more serious problems [14,15]. Therefore, the risks of crack development could be higher [13,16]. It has been reported that 75% of ultrathin restorations (≤ 0.4 mm) presented extensive failures that could even lead to catastrophic failures involving healthy dental tissues [13].

These failures, which involve chipping and fractures, are related to the brittle nature of ceramic materials, which can withstand little or no plastic strain [17–19]. Brittle materials are characterized by breaking well below the yield point. Consequently, they have a low capacity to resist impact and load vibration, high compressive strength, and low tensile strength [18–20]. Flaws, especially those located at the surface of the restorations, act as stress concentrators, and catastrophic fractures may occur when the stress intensity at the crack tip is greater than the material resistance to crack propagation [21]. Such limitations restrict the clinical use of feldspathic porcelains in more extensive and complex prostheses, missing the opportunity to take advantage of its esthetic and adhesive characteristics.

* Corresponding author. Laboratory of Ceramic and Composite Materials (CERMAT), Federal University of Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, SC, Brazil.
E-mail address: d.hotza@ufsc.br (D. Hotza).

<https://doi.org/10.1016/j.oceram.2021.100201>

Received 26 July 2021; Received in revised form 1 November 2021; Accepted 28 November 2021

Available online 3 December 2021

2666-5395/© 2021 Published by Elsevier Ltd on behalf of European Ceramic Society. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license

(<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

APÊNDICE D – DEMAIS ARTIGOS PUBLICADOS E SUBMETIDOS NO PERÍODO DO DOUTORADO

ARTIGOS PUBLICADOS

1. GARCIA, C., **RUALES-CARRERA, E.**, LUIZ-HENRIQUE-MAYKOT PRATES, C. A., & **VOLPATO, M.** Effect of different irrigations on the bond strength of self-adhesive resin cement to root dentin. *Journal of clinical and experimental dentistry*, [s. l.], v. 10, n. 2, p. e139–e145, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.4317/jced.54459>
2. LOPEZ, C. A. V., VASCO, M. A. A., **RUALES, E.**, BEDOYA, K. A., BENFATTI, C. M., BEZZON, O. L., & DELIBERADOR, T. M. Three-Dimensional Finite Element Analysis of Stress Distribution in Zirconia and Titanium Dental Implants. *The Journal of oral implantology*, United States, v. 44, n. 6, p. 409–415, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1563/aid-joi-D-16-00109>
3. CARDOSO, A. C. ; **RUALES-CARRERA, E.** As diferentes percepções sobre placas oclusais. *PRÓTESENEWS*, v. 5, p. 268-72-72, 2018.
4. **RUALES, E.** Planejamento Digital para previsibilidade e controle do tratamento reabilitador: relato de caso.. *FGM News Implantes*, v. 2, p. 56-59, 2018.
5. SCARDUELLI, L., MAGRIN, G. L., **RUALES-CARRERA, E.**, PINTO, N. J., BENFATTI, C. M., MAGINI, R. S. Cirurgia periodontal sem elevação de retalho para tratamento de sorriso gengival: relato de caso. *ImplantNewsPerio International Journal*, v. -, p. 0/20, 2019.
6. **RUALES-CARRERA, E.**, PAULETTO, P., APAZA-BEDOYA, K., **VOLPATO, C. A.**, ÖZCAN, M., & BENFATTI, C. A. Peri-implant tissue

- management after immediate implant placement using a customized healing abutment. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, [s. l.], v. 31, n. 6, p. 533–541, 2019.
7. **RUALES-CARRERA, E.**, CESAR, P. F., HENRIQUES, B., FREDEL, M. C., ÖZCAN, M., & **VOLPATO, C. A.** Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, [s. l.], 2019.
 8. **RUALES-CARRERA, E.**, ENGLER, M. L. P. D., VAZ, P., ÖZCAN, M., & **VOLPATO, C. A. M.** Esthetic and functional rehabilitation of bilateral congenital absence of maxillary lateral incisors: Minimally invasive surgical and prosthetic approach. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, [s. l.], v. 31, n. 1, p. 5–12, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/jerd.12448>
 9. PAULETTO, P., **RUALES-CARRERA, E.**, SIMEK VEGA GONÇALVES, T. M., GEBLER PHILIPPI, A., DONOS, N., & MEZZOMO, L. A. Fixed and Removable Full-Arch Restorations Supported by Short (≤ 8 mm) Dental Implants in the Mandible: A Systematic Review and Meta-Analysis. *The International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, [s. l.], v. 34, n. 4, p. 873–885, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.11607/jomi.7241>
 10. BRUM, R. S., GALARRAGA, M. E., MAGRIN, G., **RUALES-CARRERA, E.**, ESCOBAR-RAMOS, M., RODRIGUEZ-IVICH, J., ... & **VOLPATO, C.** Employment of U-Shape Technique at Re-Entry Surgery for Papillae Coronal Migration on the Rehabilitation of Anterior Single Implant: 3-Year Follow-Up Case Report. United States: [s. n.], 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/cap.10110>

11. RAFAEL, C. F., FERREIRA, R. M., PASSONI, B. B., **RUALES-CARRERA, E.**, BENFATTI, C. A., LIEBERMANN, A., & **VOLPATO, C. A.** Optical Behavior of Zirconia-Based Restorations Over Teeth and Implants in the Esthetic Zone: A Clinical Report. *Compendium of continuing education in dentistry*, v. 42, n. 5, p. 236–241, 2021.
12. JUNG, R. E., **RUALES-CARRERA, E.**, THOMA, D. S., NAENNI, N., BUSER, D. Short and Ultra-shor Implants. *Forum Implantologicum*, [s. l.], v. 17, n. 1, p. 34–43, 2021.
13. PAULETTO, P., **RUALES-CARRERA, E.**, MEZZOMO, L. A., STEFANI, C. M., TABA, M., GONÇALVES, R. B., ... & DE LUCA CANTO, G. Clinical performance of short versus standard dental implants in vertically augmented bone: an overview of systematic reviews. *Clinical Oral Investigations*, [s. l.], v. 25, n. 11, p. 6045–6068, 2021.
14. **RUALES-CARRERA, E.**, DAL BÓ, M., DAS NEVES, W. F., FREDEL, M. C., **VOLPATO, C. A. M.**, & HOTZA, D. Chemical tempering of feldspathic porcelain for dentistry applications: A review. *Open Ceramics*, [s. l.], v. 9, p. 100201, 2022.

ARTIGOS SUBMETIDOS

1. MAGRIN, G. L., **RUALES-CARRERA, E.**, APAZA-BEDOYA, K., ESCOBAR-RAMOS, M., PARMA-BENFENATTI, S., BENFATTI, C. A. M. Polydioxanone dome technique for guided bone regeneration: Surgical technique and a case series with up to 72 months of follow-up. *The International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*, 2022.

APÊNDICE E – ESTÁGIOS INTERNACIONAIS

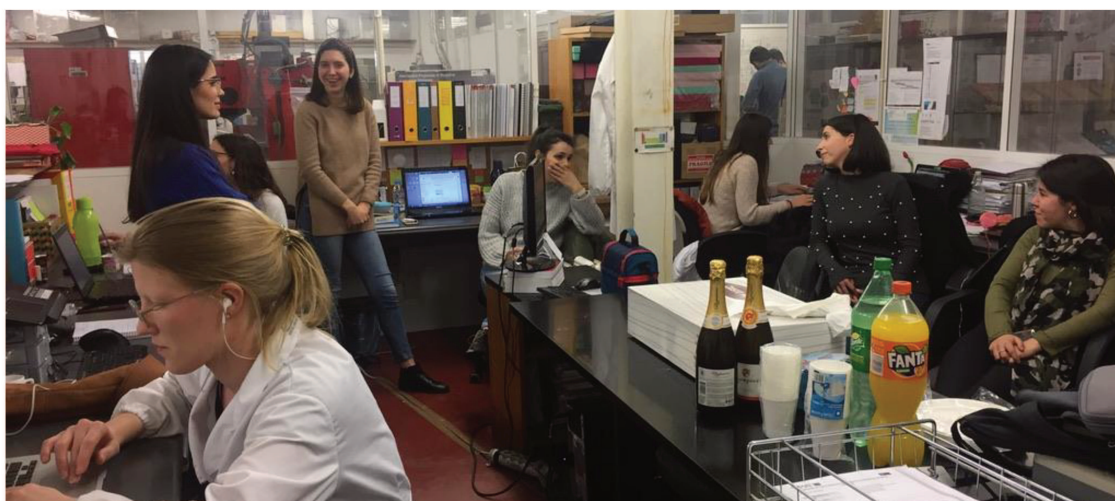
UNIVERSIDADE DO PORTO - fevereiro a julho de 2019

Graças à parceria da Universidade Federal de Santa Catarina com a Universidade do Porto, assim como aos contatos da Prof.^a Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato, foi possível a realização de um estágio de docência na Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto. O estágio foi realizado no Mestrado em Reabilitação Oral e no Mestrado Integrado em Medicina Dentária sob a orientação do Prof. Dr. João Sampaio Fernandes, do Prof. Dr. César Fernando Coelho Leal da Silva, do Prof. Dr. Paulo Júlio Almeida e da Prof.^a Dra. Paula Vaz



UNIVERSIDADE DO MINHO - fevereiro a julho de 2019

Igualmente graças aos contatos gerados pela Prof.^a Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato durante o Pós-Doc realizado na Universidade do Minho, foi que o Prof. Dr. Óscar Samuel Novais Carvalho, se tornou e meu Coorientador. Sendo assim, surgiu o convite para a condução de parte da minha tese no Center for Microelectromechanical Systems (CMEMS) do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Minho sob a orientação do Prof. Dr. Óscar Samuel Novais Carvalho e do Prof. Dr. Felipe Samuel Correia Pereira da Silva



UNIVERSITY OF ZURICH - setembro de 2020 a agosto de 2021

Em novembro de 2019 fui contemplado com a Bolsa ITI do International Team for Implantology para participar como aluno visitante na Clínica de Odontologia Reconstructiva da Universidade de Zurique. Durante um ano tive a oportunidade de acompanhar as atividades do programa de Pós-graduação em Odontologia Reconstructiva, assim como me envolver em projetos de pesquisa clínicos sob a orientação dos professores Christoph Hammerle, Mutlu Özcan, Ronald E. Jung, Daniel Thoma, Nadja Naenni, Alexis Ioannidis, Stephan Biens, Marc Balmer and Sven Muhlemann.

