

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

**CAMILA MOREIRA LIMA**

**AVALIAÇÃO QUALITATIVA E DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL EM  
MATERIAIS CERÂMICOS REFORÇADOS, SUBMETIDOS A DIFERENTES  
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Juiz de Fora  
2019

CAMILA MOREIRA LIMA

**AVALIAÇÃO QUALITATIVA E DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL EM  
MATERIAIS CERÂMICOS REFORÇADOS, SUBMETIDOS A DIFERENTES  
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Orientador: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Fabíola Pessoa Pereira Leite

Juiz de Fora  
2019

CAMILA MOREIRA LIMA

**AVALIAÇÃO QUALITATIVA E DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAIXIAL EM  
MATERIAIS CERÂMICOS REFORÇADOS, SUBMETIDOS A DIFERENTES  
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Aprovada em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Fabíola Pessoa Pereira Leite  
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF

---

Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho  
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF/ Campus GV

---

Prof. Dr. Jean Soares Miranda  
Braz Cubas Educação - SP

## **AGRADECIMENTOS**

Alcançada mais uma vitória, meu coração se enche de alegria, não apenas pela conquista, mas por saber que Deus lutou ao meu lado, iluminou meu caminho e me ajudou a chegar até o momento. Imensamente obrigada pela vida e por todas as proporções divinas que o Senhor me concede a cada dia.

Agradeço aos meus pais, Humberto e Eloísa, por toda base. Sem a educação que vocês me proporcionaram esse momento não teria se concedido. Obrigada pelo incentivo diário, andarem de mãos dadas comigo nessa trajetória e se dedicarem incondicionalmente a esse sonho.

Agradeço ao meu namorado, Pablo, pela grande compreensão, apoio, carinho e companhia em todos os momentos.

Agradeço a minha querida orientadora, Fabíola, por acreditar na minha pessoa, sempre incentivando, abrindo caminhos e buscando novas conquistas ao meu lado. Jamais será esquecido todos conselhos e ensinamentos, serei eternamente grata por tudo!

Agradeço a grande amiga, Prof<sup>a</sup> Ana Maria, por ajudar a trilhar meu caminho, sempre com incentivos e conselhos inesquecíveis.

Agradeço aos companheiros da equipe do mestrado, por toda ajuda e paciência, foram fundamentais no desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço aos parceiros, Dr. Ricardo Tanaka e ao Dr. João Paulo Sudré, pelo auxílio na pesquisa, foram essenciais.

Agradeço aos amigos da UNESP, Jean, Ronaldo, e ao Prof. Estevão, por toda dedicação, ensinamentos e paciência. Profissionais brilhantes, muito obrigada.

Agradeço ao João Paulo, grande amigo que a pesquisa me proporcionou. Obrigada pelo acolhimento e transmitir grandes ensinamentos no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

Por fim, meu muito obrigada a todos professores e funcionários da Universidade Federal de Juiz de Fora, essenciais na minha formação e disciplina durante todos esses anos.

## RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial de cerâmicas reforçadas, submetidas ao estresse por fadiga mecânica. Foram obtidas amostras em formato de disco de 12 milímetros de diâmetro por 1,2 milímetro de espessura a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar-vivadent) e cerâmicas de silicato de lítio reforçadas por óxido de zircônio (Suprinity, VITA; Celtra Duo, DENTSPLY). Delinearam-se cinco grupos, sendo um o grupo controle (C, n=15), onde os corpos de prova não receberam tratamento de superfície e os quatro grupos com tratamento de superfície, sendo (n=15): Ácido fluorídrico 10% e silano (HF); Jateamento com óxido de alumínio 50µm e silano (O); Jateamento com Rocatec® 30µm e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares. O IPS.e.max CAD (E), Suprinity (S) e Celtra Duo (L) receberam o cimento resinoso Relyx u200 (3M ESPE) após cada tratamento de superfície e foram submetidos ao ensaio de ciclagem mecânica por  $1,0 \times 10^6$  ciclos e posteriormente ao teste de flexão biaxial (ISO 6872) imerso em água. As amostras designadas as análises qualitativas foram submetidas à Perfilometria óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS). Os dados obtidos nesse estudo foram submetidos ao modelo estatístico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparação múltipla de Tukey. Os testes demonstraram diferença estatisticamente significativa na resistência à flexão biaxial em todos os materiais cerâmicos utilizados ( $P < 0,05$ ) e na rugosidade superficial de todos os materiais. Sendo assim, conclui-se que o tratamento de superfície altera a rugosidade de todas as cerâmicas envolvidas, a flexão biaxial sofreu alterações diante do tratamento de superfície empregado em cada material cerâmico e para todos os materiais cerâmicos reforçados envolvidos, apesar da composição química diferente, o tratamento de superfície no qual obteve-se maiores resultados na resistência à flexão biaxial foram os grupos HF e M

Palavras-Chaves: Materiais dentários, cerâmicas dentais, resistência a flexão biaxial, CAD/CAM.

## ABSTRACT

The present work had as objective to evaluate the influence of the surface treatment on the resistance to biaxial flexion of reinforced ceramics, submitted to mechanical fatigue stress. Samples were obtained in disk format of 12 mm diameter by 1.2 mm thickness from lithium disilicate ceramic blocks (IPS e.max CAD, ivoclar-vivadent) and lithium silicate ceramics reinforced by zirconium (Suprinity, VITA, Celtra Duo, DENTSPLY). Five groups were defined, one being the control group (C, n = 15), where the test subjects did not receive surface treatment and the four groups with surface treatment, being (n = 15): Hydrofluoric acid 10% and silane (HF); Blasting with 50µm aluminum oxide and silane (O); Blasting with Rocatec® 30µm and silane (R); and application of Monobond Etch & Prime (M). In addition, three samples were included in each group for the purpose of complementary qualitative analyzes. The IPS.emax CAD (E), Suprinity (S) and Celtra Duo (L) groups received the resinous cement Relyx u200 (3M ESPE) after each surface treatment and were submitted to the mechanical cycling test for  $1.0 \times 10^6$  cycles and after biaxial bending test (ISO 6872) immersed in water. The samples designated the qualitative analyzes were submitted to optical profilometry, scanning electron microscopy (SEM) and dispersive energy spectrometry (EDS). The data obtained in this study were submitted to the statistical analysis of variance model (ANOVA) and to the multiple comparison test of Tukey. The tests showed a statistically significant difference in biaxial flexural strength in all ceramic materials used ( $P < 0.05$ ) and surface roughness of all materials. Thus, it is concluded that the surface treatment changes the roughness of all the ceramics involved, the biaxial flexion was altered in face of the surface treatment used in each ceramic material and for all the reinforced ceramic materials involved, despite the different chemical composition, the surface treatment in which the highest biaxial flexural strength results were obtained were the HF and M groups.

Keywords: Dental materials, Dental ceramics, Computer-aided manufacturing, Biaxial flexural strength, Cad/Cam

## **LISTRA DE ILUSTRAÇÕES**

Figura 1 – ISOMET 1000 com Bloco E.max em corte

Figura 2 - Bloco arredondado de Suprinity em processo de corte

Figura 3 – Lixamento dos discos de Emax na Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma

Figura 4 – Corpo de prova representativo da forma final alcançada

Figura 5 – Espessura e diâmetro do disco

Figura 6 – Delineamento dos grupos

Figura 7 - Fotopolimerizador LED polywave VALO

Figura 8 - ERIOS, Modelo: ER-11000 - Simulador de fadiga

Figura 9 – Dispositivo metálico para fixação das amostras no equipamento

Figura 10 – Emic com amostra posicionada.

Figura 11 – Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-INPE)

Figura 12 - Plataforma de alumínio (stub) do MEV com amostras posionadas

Figura 13 - Microscópio eletrônico de varredura

## LISTA DE TABELAS

**Tabela 1:** Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes de lotes dos produtos utilizados nos experimentos;

## LISTA DE ABREVIATURAS

E - IPS.Emax

C - Celtra Duo

S - Suprinity

HF - Ácido fluorídrico

OA - Tratamento de superfície com óxido de alumínio e silano

R - Tratamento de superfície com Rocatec e silano

M - Tratamento de superfície com Monobond etch & prime

C - Grupo controle

% Porcentagem

Min – Minutos

AL<sup>2</sup>O<sup>3</sup> - Óxido de alumínio

MEP - Monobond Etch & Prime

MPA - Milipascal

°C - Grau Celsius

HZ - Hertz

Zr - Zircônio

O - Oxigênio

AL - Alumínio

C - Carbono

Na - Sódio

Si - Silício

K – Potássio

P- Fósforo

F - Flúor

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>11</b>
<b>2. PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>15</b>
<b>3.1 Materiais utilizados .....</b>	<b>15</b>
<b>3.2 Obtenção das amostras .....</b>	<b>16</b>
<b>3.3 Delineamento dos grupos .....</b>	<b>19</b>
<b>3.4 Cimentação das amostras .....</b>	<b>21</b>
<b>3.5 Ensaio .....</b>	<b>22</b>
<b>3.5.1 Fadiga mecânica .....</b>	<b>22</b>
<b>3.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial .....</b>	<b>23</b>
<b>3.6 Análises complementares .....</b>	<b>25</b>
<b>3.6.1 Perfilometria optica .....</b>	<b>25</b>
<b>3.6.2 Microscopia eletrônica de Varredura .....</b>	<b>26</b>
<b>3.6.3 Microscopia e espectrometria Por energia dispersiva .....</b>	<b>27</b>
<b>3.7 Análises estatísticas .....</b>	<b>27</b>
<b>4. Artigo .....</b>	<b>29</b>
<b>5. Considerações Finais .....</b>	<b>51</b>
<b>6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>52</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são materiais amplamente utilizados na Odontologia para confecção de restaurações indiretas devido a sua biocompatibilidade com o elemento dentário, baixa condutividade térmica, radiopacidade, estabilidade de cor, estética e alta resistência à compressão e à abrasão (BLATZ, SADAN e KERN, 2003; LI, CHOW e MATINLINNA, 2014).

Em busca de melhores resultados protéticos, a Odontologia tem evoluído em direção a utilização cada vez mais frequente de restaurações produzidas por CAD/CAM (*computer-aided design / computer-aided manufacturing*) que se tornou uma técnica difundida durante as últimas décadas (DAVIDOWITZ e KOTICK, 2011). Uma das vantagens dessa técnica, é a confecção de restaurações, obtidas em sessão única (LUDOVICHETTI et al., 2018). Os materiais viáveis para CAD/CAM diferem muito em sua composição e são disponíveis como compósitos à base de resinas (por exemplo, Lava Ultimate, 3M ESPE), cerâmica infiltrada com resina (por exemplo, Enamic, VITA), cerâmica de dissilicato de lítio (por exemplo, IPS e.max CAD, IVOCLAR), silicato de lítio reforçado com zircônia (ZLS; por exemplo, Celtra Duo, DENTSPLY; Suprinity, VITA), ou diferentes tipos de zircônia (por exemplo, IPS e.max ZirCad, IVOCLAR), (CONRAD et al., 2007; MATZINGER et al., 2018).

Apesar das muitas características positivas dos diversos tipos de cerâmicas, existe ainda algumas desvantagens, como por exemplo, a friabilidade de cerâmicas feldspática (ATTIA 2010; ALTAOL e ERGUN 2018). Portanto, o desenvolvimento de resistência mecânica e propriedades estéticas são os principais objetivos de pesquisas desses materiais (ALSHEHRI 2012; ALTAOL e ERGUN, 2018). As vantagens mecânicas das cerâmicas de zircônia, e as vantagens estéticas das cerâmicas vítreas são notáveis. A necessidade de combinar as propriedades positivas destes dois materiais, direcionaram pesquisadores para desenvolver uma nova geração de cerâmica vítrea (ALSHEHRI 2012; ALTAOL e ERGUN, 2018), denominada cerâmica de silicato de lítio reforçada com óxido de zircônio (ZLS).

As ZLS supostamente, combinam o desempenho estético de cerâmica vítreas e as propriedades mecânicas melhoradas, devido à presença de metassilicato e cristais de zircônia na matriz de vidro (AWAD et al., 2015; SCHIWINDLING et al., 2017;; MONTEIRO JB, et al., 2018). O silicato de lítio reforçado por zircônia apresenta

uma microestrutura dual: a composição cristalina é feita de metassilicato de lítio com cristais de dissilicato (partículas 0.5 - 0.7  $\mu\text{m}$ ), adicionado 10% de óxido de zircônio, em peso (ELSAKA e ELNAGHY, 2016). O alto percentual de cerâmica vítrea confere qualidades estéticas (KRUGER et al., 2013) em decorrência das propriedades ópticas, como alta translucidez e fluorescência satisfatória. Devido as suas características, é esperado um comportamento biomecânico mais semelhante ao dente natural durante a distribuição dos estresses da mastigação (ELSAKA e ELNAGHY, 2016).

Atualmente, existem duas cerâmicas ZLS disponíveis para aplicação em Odontologia Restauradora, denominadas Celtra Duo (DENTSPLY) e Suprinity (VITA), sendo ambas essencialmente compostas por duas fases de cristal embutidas em uma matriz vítrea.

Segundo Belli et al. (2017), uma das principais diferenças entre os dois materiais é o tamanho dos cristais de metassilicato de lítio, que parece ter tamanho maior em Celtra Duo do que em Suprinity. O Suprinity é um material âmbar e transparente, na qual se faz necessário uma queima de cristalização depois de usinado para ter a sua densidade e cor final. Segundo os fabricantes, a resistência flexural desse material é de 420 Mpa. O Celtra Duo, no entanto, vem em sua forma cristalizada e possui 210 MPa de resistência flexural, podendo ser reforçada, se desejado, com uma queima em forno elevando-a a 370 Mpa (segundo fabricantes). Esta variação é extremamente útil por diminuir significativamente o tempo de consulta que as queimas de cristalização acrescentam ao processo (PREIS et al., 2015) principalmente quando se deseja fabricar componentes protéticos ou restaurações diretas em sessão única pelo sistema CAD-CAM.

Ambas as vitrocerâmicas ZLS são indicadas para implantes, onlays, coroas anteriores e posteriores (RINKE et al., 2015; ELSAKA e ELNAGHY 2016; RIQUEIRI et al., 2018). Diante das indicações, diversos tipos de tratamento da superfície interna das restaurações cerâmicas têm sido propostos na literatura, sempre de acordo com a composição química e microestrutura do material cerâmico, visando produzir retenções micromecânicas ou possibilidade de união química, que auxiliem no processo de adesão. Pesquisadores advogam que as maiores resistências de união foram encontradas usando uma combinação de condicionamento de superfície com ácido hidrofúorídrico e o uso de agentes de união silano (NAGAI et al., 2005).

Até o momento, sabe-se que o condicionamento das cerâmicas híbridas com ácido hidrófluorídrico à 5% durante 20 segundos gerou união às resinas muito menor do que à cerâmica de dissilicato de lítio (BOTTINO et al., 2015). Entretanto, Sato et al. (2016) avaliaram diferentes tratamentos de superfície na adesão da cerâmica de silicato de lítio reforçada com zircônia ao cimento resinoso, e concluíram que o condicionamento com ácido hidrófluorídrico 10% por 20 a 40 segundos, associado ao silano, apresenta excelente capacidade adesiva, podendo ser utilizado clinicamente. Segundo Monteiro et al. (2018) e Peumans et al. (2016), vale destacar que a presença da matriz vítrea em suas estruturas permite que essa classe de cerâmica (ZLS) seja condicionada pelo ácido fluorídrico, mesmo com a presença de cristais de dióxido de zircônio.

Pesquisas laboratoriais são de alta importância para se avaliar materiais e elaborar técnicas antes da aplicação clínica. Os resultados obtidos *in vitro* são favoráveis na orientação de protocolos que poderão ser utilizados em diversas áreas da odontologia, em especial os materiais novos no mercado, que não apresentam experiência clínica comprovada (SKUPIEN, 2015).

Dessa forma, a importância que se conhece as propriedades mecânicas dos materiais a serem indicados para cada caso é fundamental, visando a estética, função e longevidade ao paciente. Assim, o objetivo do presente trabalho será avaliar o efeito de diferentes protocolos de tratamento de superfície na resistência à flexão e na microestrutura das cerâmicas vítreas reforçadas por óxido de zircônio.

## 2 PROPOSIÇÃO

Objetivo geral:

O objetivo deste estudo é avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial de cerâmicas à base de silicato de lítio, reforçado com dióxido de zircônio, após fadiga mecânica. Além disso, avaliar qualitativamente a superfície dos materiais cerâmicos testados por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por dispersão de energia (EDS) e perfilometria.

Desta forma, frente aos objetivos deste estudo, as hipóteses são:

1. Os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais;
2. Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de flexão biaxial, são dependentes de cada material cerâmico;
3. A resistência à flexão biaxial é influenciada por cada tratamento de superfície empregado.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Material utilizado

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 1).

Tabela 1- Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos

<b>Marca Comercial</b>	<b>Tipo de material</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Lote</b>
Celtra Duo – HT / A3	Dissilicato de Lítio reforçado por óxido de zircônio	Dentsply	18027977
Suprinity - HT / A3	Dissilicato de Lítio reforçado por óxido de zircônio	Vita	40020
IPS E.max CAD – HT / A3	Dissilicato de Lítio	Ivoclar Vivadent	W04573
RelyXCeramic Primer	Silano	3M ESPE	N822741
Óxido de alumínio	Pó de óxido de alumínio 50 µm	Bio-art	52160
Condac Porcelana	Ácido Hidrofluorídrico a 10%	FGM	171116
Rocatec Soft	Óxido de Alumínio revestido com sílica	3M ESPE	1803100248
Cimento RelyX U200	Cimento resinoso Autocondicionante / Autoadesivo	3M ESPE	660958
Monobond Etch & Prime	Primer cerâmico autocondicionante	Ivoclar Vivadent	V50443

### 3.2 Obtenção das amostras

Inicialmente obteve-se duzentos e vinte e cinco amostras a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, IVOCLAR VIVADENT) e cerâmicas de silicato de lítio reforçada com zircônia (Celtra Duo, DENTSPLY; Suplinity, VITA). Os blocos foram caracterizados com um dispositivo em sua extremidade oposta, visando melhor manuseio do mesmo, a fim de arredondá-los até que cilindros de 12 mm de diâmetro fossem obtidos. Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com uma velocidade de 375 rpm e refrigeração à água, os cilindros arredondados, foram cortados em pastilhas, com disco de corte diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA), (Figuras 1 e 2), obtendo-se dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura. Todas as amostras foram submetidas a um ciclo de cristalização, realizado no forno (Programat EP5000, IvoclarVivadent), de acordo com as recomendações de temperatura fornecidas pelo fabricante. Posteriormente, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240, 400, 600 e 1200, na Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma (Figura 3). De acordo com a norma ISO/CD 32 6872 os espécimes obtiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura (Figuras 4 e 5).



Figura 1 – ISOMET 1000 com Bloco E.max em corte



Figura 2 - Bloco arredondado de Suprinity em processo de corte



Figura 3 –Lixamento dos discos de Emax na Politriz Lixadeira PL02 - Metalprisma



Figura 4 – Corpo de prova representativo da forma final alcançada



Figura 5 – Espessura e diâmetro do disco

Foi delineado e separado que as amostras destinadas à caracterização microestrutural recebessem, cuidadosamente, um polimento também em politriz, sob refrigeração, por aproximadamente 60 segundos em cada superfície, até que a mesma estivesse brilhante e não apresentasse riscos visíveis. Os corpos de prova foram subsequentemente armazenados durante 24 horas em água destilada a 37 ° C.

### 3.3 Delineamento dos grupos

De acordo com os tratamentos de superfícies realizados, as amostras foram divididas em 15 grupos. O dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, IVOCLAR VIVADENT) e as cerâmicas de silicato de lítio reforçada com zircônia (Celtra Duo, DENTSPLY; Suplinity, VITA) receberam quatro tratamentos de superfície, sendo eles: ácido fluorídrico 10% e silano (HF); Jateamento com óxido de alumínio 50 $\mu$ m e silano (O.A.); Jateamento com Rocatec® 30 $\mu$ m e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M); além do grupo controle (C), sem tratamento de superfície (Figura 6). Para fins de análises qualitativas complementares, três amostras foram confeccionadas e adicionadas em cada grupo, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica. Dessa forma, as três amostras extras foram fundamentais para realização das análises, envolvendo o reconhecimento das características químicas e microscópicas dos materiais utilizados.

Ressalta-se que, anteriormente aos tratamentos de superfície, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná, Brasil) em álcool isopropílico durante oito minutos.

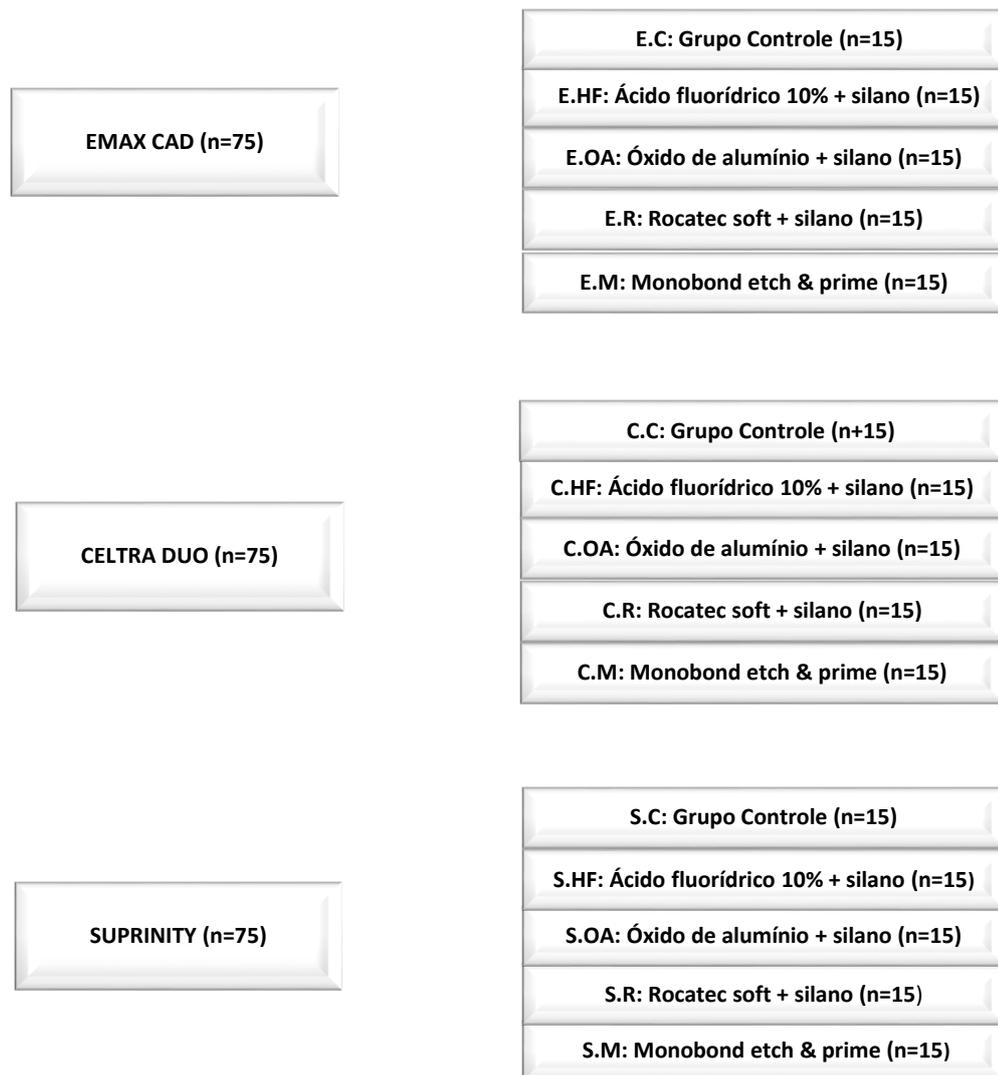


Figura 6 – Delineamento dos grupos

Os grupos E.C, C.C, S.C, foram considerados como grupo controle, no qual não foram realizados tratamentos de superfície nas faces dos corpos de prova.

Os grupos E.HF, C.HF e S.HF tiveram uma de suas faces submetidas ao condicionamento de superfície com ácido fluorídrico 10% (FGM, Brasil), sendo condicionados por 20 segundos o grupo E.HF, 30 segundos os grupos C.HF e S.HF (segundo tempo determinado pelo fabricante), e lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento. Em seguida foi aplicada uma camada de Silano RelyX

Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

Os grupos E.OA, C.OA e S.OA receberam em uma de suas faces o jateamento com óxido de alumínio 50 $\mu$ m (Bio-art, Brasil) utilizando um aparelho específico (Dento-Prep<sup>TM</sup>, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10mm e a inclinação de 45°. A pressão exercida foi por 2,8 bar/10s. Em seguida as amostras jateadas receberam uma camada de Silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60 segundos.

Os grupos E.R, C.R e S.R, receberam em uma de suas faces, o jateamento com Rocatec® 30 $\mu$ m (3M ESPE, EUA), utilizando um aparelho específico (Dento-Prep<sup>TM</sup>, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10mm e a inclinação de 45°. A pressão exercida foi de por 2,8 bar/10s. Em seguida foi aplicado uma camada de Silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60 segundos.

Por fim, os grupos E.M, C.M e S.M, receberam em uma de suas faces o Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent, Alemanha) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 20 segundos, sendo aguardado um período de 40 segundos, para então a superfície ser lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento.

### 3.4 Cimentação das amostras

Foi utilizado o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE, EUA), manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido sobre o centro da superfície cerâmica e imediatamente coberto com uma tira transparente de poliéster e uma lâmina de vidro. Uma carga de 750g foi aplicada para que ocorresse o espalhamento e a regularização do cimento por toda superfície da cerâmica, utilizando dispositivo previamente confeccionado. Após a remoção do excesso de agente cimentante com um microbrush, o material foi fotoativado por 60s sobre a face das amostras e adicionalmente mais 60s em cada lado da interface adesiva, utilizando o aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO (Ultradent, EUA) com intensidade de 1400mW/cm<sup>2</sup> (Figura 7). A cimentação foi realizada da mesma

forma para todos os grupos. Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24h.



Figura 7 - Fotopolimerizador LED polywave VALO

### 3.5 Ensaaios

#### 3.5.1 Fadiga mecânica

Em uma máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo – SP, Brasil), os quinze corpos de prova de cada grupo foram submetidos ao ensaio de ciclagem mecânica. Esta máquina apresenta dez células de ciclagem, o que permite ciclar dez amostras simultaneamente, sob as mesmas condições (Figura 8). Cada corpo de prova foi submetido a um milhão e duzentos mil ciclos ( $1,2 \times 10^6$ ), com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. A carga aplicada no centro das amostras (identificada por uma marcação realizada previamente com caneta de retroprojeto) por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm. A face onde a carga foi aplicada é a oposta à que recebeu os tratamentos de superfície. Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37°, sendo a temperatura controlada por um termostato contido no próprio equipamento. Para a fixação das amostras no equipamento foi utilizado um dispositivo metálico medindo 41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura, sendo que em sua face superior, haviam três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872. (Figura 9)



Figura 8 - ERIOS, Modelo: ER-11000 - Simulador de fadiga



Figura 9 – Dispositivo metálico para fixação das amostras no equipamento

### 3.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As duzentos e vinte e cinco amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Campos/SP, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kgf até o momento da fratura catastrófica da amostra (Figura 10). Para realização do ensaio de flexão biaxial, foi utilizado um dispositivo metálico, medindo 41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura, sendo que em sua face superior possui três esferas de diâmetro 3,2 mm, fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872 (Figura 9). Este dispositivo foi encaixado em um recipiente metálico, cujo diâmetro mede 42 mm por 31 mm de altura, o qual foi preenchido com água para

que a amostra permaneça imersa em água durante o ensaio. Após o posicionamento da amostra no dispositivo, uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872,  $\varnothing=1,6$  mm) fixada à célula de carga, exerceu uma carga crescente no centro da face superior das amostras (área de compressão), até o momento da fratura catastrófica.

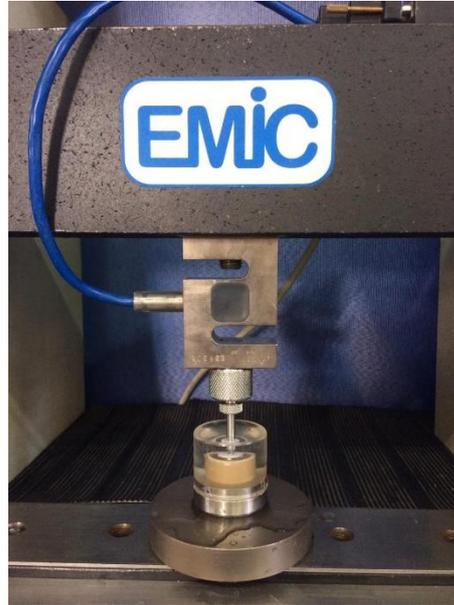


Figura 10 – Emic com amostra posicionada.

De acordo com a ISO 6872, os dados obtidos (N) após a fratura das amostras serão submetidos às equações 4, 5 e 6 para o cálculo da resistência à flexão (MPa).

$$\text{Equação 4: } S = -0.2387 \frac{P(X-Y)}{d^2}$$

Onde:

S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal

P = Total de carga necessária para causar a fratura, em Newton

d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros

Os valores de X e Y foram determinados utilizando as seguintes fórmulas:

$$\text{Equação 5: } X = (1 + \nu) \ln \left( \frac{r2}{r3} \right)^2 + \left[ \left( \frac{1 - \nu^2}{2} \right) \left( \frac{r2}{r3} \right) \right]$$

$$\text{Equação 6: } Y = (1 + \nu) \left[ 1 + \ln \left( \frac{r1}{r3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left( \frac{r1}{r3} \right)^2$$

Onde:

$\nu$  = Razão de Poisson

r1 = Raio do círculo do suporte, em milímetros

$r_2$  = Raio da área da carga, em milímetros

$r_3$  = Raio da amostra, em milímetros

$d$  = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros

### 3.6 Análises complementares

Para caracterização superficial e cristalográfica, foram realizadas análises complementares em três amostras de cada grupo. As amostras analisadas não foram submetidas à ciclagem mecânica.

#### 3.6.1 Perfilometria

As amostras foram preparadas para avaliar a morfologia de superfície. O perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi conectado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para realização da micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial (Figura 11).



Figura 11 – Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-INPE)

### 3.6.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foi realizado a limpeza das amostras com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. – Guarulhos - São Paulo) com o auxílio de uma escova dental (Sorriso - Colgate Palmolive Comercial Ltda. – São Bernardo do Campo – São Paulo). Em seguida, foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) durante oito minutos, seguido de limpeza com acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP. Taquaritinga – São Paulo) pelo mesmo tempo. As amostras foram secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e então, posicionadas em uma plataforma de alumínio (*stub*) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono e liga de ouro (Figura 12). Por fim, as amostras foram colocadas em Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN (modelo MIRA3) em alto vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD (Figura 13). Foi realizada a análise de superfície com aumento de 100x, 500x, 2000x e 10.000x.



Figura 12 - Plataforma de alumínio (*stub*) do MEV com amostras posicionadas



Figura 13 - Microscópio eletrônico de varredura

### 3.6.3 Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Para a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico foi utilizada a análise em Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). Esta técnica é baseada na análise das energias características de Raios X emitidos por cada elemento que compõem a amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície dessa amostra. O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

A espectroscopia por dispersão de energia foi realizada utilizando-se MEV TESCAN (modelo MIRA3) e utilizando o sistema EDS da OXFORD INSTRUMENTS (modelo X-MAX<sup>N</sup>) com *software* AZ tec Live. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi realizado aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra (1mm<sup>2</sup>) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

### 3.7 Análises estatísticas

Para avaliar a influência do tratamento de superfície em diferentes cerâmicas na perfilometria, os dados obtidos neste estudo foram submetidos à análise estatística

descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey, a fim de se comparar as diferenças estatísticas entre os grupos.

Os valores numéricos obtidos por meio do teste de resistência à flexão biaxial foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey. As análises estatísticas serão obtidas por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, GraphPad, 2012).

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

## 4 ARTIGO

### AVALIAÇÃO QUALITATIVA E DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL EM MATERIAIS CERÂMICOS REFORÇADOS, SUBMETIDOS A DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

#### 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são materiais amplamente utilizados na Odontologia para confecção de restaurações indiretas devido a sua biocompatibilidade com o elemento dentário, baixa condutividade térmica, radiopacidade, estabilidade de cor, estética e alta resistência à compressão e à abrasão (BLATZ, SADAN e KERN, 2003; LI, CHOW e MATINLINNA, 2014).

Em busca de melhores resultados protéticos, a Odontologia tem evoluído em direção a utilização cada vez mais frequente de restaurações produzidas por CAD/CAM (*computer-aided design / computer-aided manufacturing*) que se tornou uma técnica difundida durante as últimas décadas (DAVIDOWITZ e KOTICK, 2011). Uma das vantagens dessa técnica, é a confecção de restaurações, obtidas em sessão única (LUDOVICHETTI et al., 2018). Os materiais viáveis para CAD/CAM diferem muito em sua composição e são disponíveis como compósitos à base de resinas (por exemplo, Lava Ultimate, 3M ESPE), cerâmica infiltrada com resina (por exemplo, Enamic, VITA), cerâmica de dissilicato de lítio (por exemplo, IPS e.max CAD, IVOCLAR), silicato de lítio reforçado com zircônia (ZLS; por exemplo, Celtra Duo, DENTSPLY; Suprinity, VITA), ou diferentes tipos de zircônia (por exemplo, IPS e.max ZirCad, IVOCLAR), (CONRAD et al., 2007; MATZINGER et al., 2018).

Apesar das muitas características positivas dos diversos tipos de cerâmicas, existe ainda algumas desvantagens, como por exemplo, a friabilidade de cerâmicas feldspática (ATTIA 2010; ALTAOL e ERGUN 2018). Portanto, o desenvolvimento de resistência mecânica e propriedades estéticas são os principais objetivos de pesquisas desses materiais (ALSHEHRI 2012; ALTAOL e ERGUN, 2018). As vantagens mecânicas das cerâmicas de zircônia, e as vantagens estéticas das cerâmicas vítreas são notáveis. A necessidade de combinar as propriedades positivas destes dois materiais, direcionaram pesquisadores para desenvolver uma nova geração de cerâmica vítrea (ALSHEHRI 2012; ALTAOL e ERGUN, 2018), denominada cerâmica de silicato de lítio reforçada com óxido de zircônio (ZLS).

As ZLS supostamente, combinam o desempenho estético de cerâmica vítreas e as propriedades mecânicas melhoradas, devido à presença de metassilicato e cristais de zircônia na matriz de vidro (AWAD et al., 2015; SCHIWINDLING et al., 2017;; MONTEIRO JB, et al., 2018). O silicato de lítio reforçado por zircônia apresenta uma microestrutura dual: a composição cristalina é feita de metassilicato de lítio com cristais de dissilicato (partículas 0.5 - 0.7  $\mu\text{m}$ ), adicionado 10% de óxido de zircônio, em peso (ELSAKA e ELNAGHY, 2016). O alto percentual de cerâmica vítrea confere qualidades estéticas (KRUGER et al., 2013) em decorrência das propriedades ópticas, como alta translucidez e fluorescência satisfatória. Devido as suas características, é esperado um comportamento biomecânico mais semelhante ao dente natural durante a distribuição dos estresses da mastigação (ELSAKA e ELNAGHY, 2016).

Atualmente, existem duas cerâmicas ZLS disponíveis para aplicação em Odontologia Restauradora, denominadas Celtra Duo (DENTSPLY) e Suprinity (VITA), sendo ambas essencialmente compostas por duas fases de cristal embutidas em uma matriz vítrea.

Segundo Belli et al. (2017), uma das principais diferenças entre os dois materiais é o tamanho dos cristais de metassilicato de lítio, que parece ter tamanho maior em Celtra Duo do que em Suprinity. O Suprinity é um material âmbar e transparente, na qual se faz necessário uma queima de cristalização depois de usinado para ter a sua densidade e cor final. Segundo os fabricantes, a resistência flexural desse material é de 420 Mpa. O Celtra Duo, no entanto, vem em sua forma cristalizada e possui 210 MPa de resistência flexural, podendo ser reforçada, se desejado, com uma queima em forno elevando-a a 370 Mpa (segundo fabricantes). Esta variação é extremamente útil por diminuir significativamente o tempo de consulta que as queimas de cristalização acrescentam ao processo (PREIS et al., 2015) principalmente quando se deseja fabricar componentes protéticos ou restaurações diretas em sessão única pelo sistema CAD-CAM.

Ambas as vitrocerâmicas ZLS são indicadas para implantes, onlays, coroas anteriores e posteriores (RINKE et al., 2015; ELSAKA e ELNAGHY 2016; RQUIERI et al., 2018). Diante das indicações, diversos tipos de tratamento da superfície interna das restaurações cerâmicas têm sido propostos na literatura, sempre de acordo com a composição química e microestrutura do material cerâmico, visando produzir retenções micromecânicas ou possibilidade de união química, que auxiliem no

processo de adesão. Pesquisadores advogam que as maiores resistências de união foram encontradas usando uma combinação de condicionamento de superfície com ácido hidrofúorídrico e o uso de agentes de união silano (NAGAI et al., 2005).

Até o momento, sabe-se que o condicionamento das cerâmicas híbridas com ácido hidrofúorídrico à 5% durante 20 segundos gerou união às resinas muito menor do que à cerâmica de dissilicato de lítio (BOTTINO et al., 2015). Entretanto, Sato et al. (2016) avaliaram diferentes tratamentos de superfície na adesão da cerâmica de silicato de lítio reforçada com zircônia ao cimento resinoso, e concluíram que o condicionamento com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 a 40 segundos, associado ao silano, apresenta excelente capacidade adesiva, podendo ser utilizado clinicamente. Segundo Monteiro et al. (2018) e Peumans et al. (2016), vale destacar que a presença da matriz vítrea em suas estruturas permite que essa classe de cerâmica (ZLS) seja condicionada pelo ácido fluorídrico, mesmo com a presença de cristais de dióxido de zircônio.

Pesquisas laboratoriais são de alta importância para se avaliar materiais e elaborar técnicas antes da aplicação clínica. Os resultados obtidos *in vitro* são favoráveis na orientação de protocolos que poderão ser utilizados em diversas áreas da odontologia, em especial os materiais novos no mercado, que não apresentam experiência clínica comprovada (SKUPIEN, 2015).

Dessa forma, a importância que se conheça as propriedades mecânicas dos materiais a serem indicados para cada caso é fundamental, visando a estética, função e longevidade ao paciente. Assim, o objetivo do presente trabalho será avaliar o efeito de diferentes protocolos de tratamento de superfície na resistência à flexão e na microestrutura das cerâmicas vítreas reforçadas por óxido de zircônio.

## **2 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 Preparação das Amostras**

Foram obtidas duzentos e vinte e cinco amostras a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, IVOCCLAR VIVADENT) e cerâmicas de silicato de lítio reforçadas com óxido de zircônio (Suprinity, VITA; Celtra Duo, DENSTPLY). Em cada bloco, foi aplicado em suas extremidades um dispositivo circular metálico a fim de arredondá-los, até que cilindros de 12 mm de diâmetro fossem obtidos. Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com disco diamantado com velocidade de 300 rpm e refrigeração à água, foram cortados os cilindros em discos, com as dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e 1,35 mm de espessura. Em todas as amostras foram realizadas um ciclo de cristalização, realizado em forno específico (Programat EP5000, IvoclarVivadent), de acordo com as recomendações de temperatura fornecidas pelo fabricante. Posteriormente, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240, 400, 600 e 1200. De acordo com a norma ISO/CD 32 6872, as amostras obtiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura.

### **2.2 Delineamento dos grupos**

Foram geradas 75 amostras de cada material: e.max CAD (E), Suprinity (S) e Celtra Duo (C). Além do grupo controle, onde não houve tratamento de superfície realizado, cada material recebeu 4 tratamentos de superfície (n=15): Ácido fluorídrico 10% e silano (HF); Jateamento com Óxido de alumínio 50 $\mu$ m e silano (OA); Jateamento com Rocatec® 30 $\mu$ m e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica.

### **2.3 Cimentação**

Foi utilizado o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE, EUA), manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido sobre o centro da superfície cerâmica e coberto com uma tira transparente. Uma carga de 750g foi aplicada para que ocorresse o espalhamento e a regularização do cimento

por toda superfície da cerâmica, utilizando dispositivo previamente confeccionado. O material foi fotoativado por 60s sobre a face oposta do material e adicionalmente mais 60s em cada lado da interface adesiva utilizando o aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO (Ultradent, EUA) com intensidade de 1400mW/cm<sup>2</sup>. Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidex, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24h.

## **2.4 Análises qualitativas**

### **2.4.1 Perfilometria óptica**

As amostras (n=3) foram preparadas para avaliar a morfologia de superfície, logo as mesmas não foram submetidas a tratamentos de superfície. O Perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi conectado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para a realização de micrografias de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial. O *software* utilizado para obtenção das imagens fornece dados de média aritmética (Ra), baseando-se em picos e vales presentes na área analisada.

### **2.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

As análises foram realizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN (modelo MIRA 3) em alto vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, para a análise de superfície e quantificação do tamanho médio dos grãos, com aumento de 10.000x.

### **2.4.3 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)**

Foi realizada a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico por meio da Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizando o sistema da OXFORD INSTRUMENTS (modelo X-MAXN) com *software* AZtec Live. As leituras de cada amostra, foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

## **2.5 Ensaio mecânicos**

### **2.5.1 Fadiga mecânica**

As amostras foram submetidas à ensaio de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo – SP, Brasil) por  $1,2 \times 10^6$  ciclos com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. A carga foi aplicada no centro das amostras por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm. A face onde a carga foi aplicada foi a oposta à que recebeu os tratamentos de superfície.

### **2.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial**

As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Campos/SP, Brasil). Uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872,  $\varnothing=1,6$  mm) fixada à célula de carga, exerceu uma carga crescente no centro da face oposta à tratada (área de compressão), a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kgf até o momento da fratura catastrófica.

## **2.6 Análises estatísticas**

Os valores numéricos obtidos por meio da perfilometria óptica foram submetidos ao teste estatístico da análise de variância (ANOVA 1-fator), após ser considerada a distribuição dos resíduos. Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) para identificar onde houve diferença estatística.

Os valores numéricos obtidos por meio do teste de resistência à flexão biaxial foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

### 3. RESULTADOS

#### 3.1 Perfilometria

Os dados obtidos a partir do Perfilômetro óptico estão descritos a seguir:

Tabela 01: Dados obtidos através da Perfilometria. \*Diferentes letras revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica.

TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	E.MAX		CELTRA DUO		SUPRINITY	
	Mean	*	Mean	*	Mean	*
<b>C</b>	291,30	<b>A</b>	150,90	<b>A</b>	237,40	<b>A</b>
<b>HF</b>	639,80	<b>B</b>	1324,00	<b>B</b>	1095,00	<b>B</b>
<b>OA</b>	1471,00	<b>C</b>	1808,00	<b>C</b>	498,30	<b>C</b>
<b>R</b>	994,70	<b>D</b>	1150,00	<b>D</b>	1022,00	<b>D</b>
<b>MEP</b>	437,60	<b>E</b>	385,50	<b>E</b>	198,30	<b>E</b>

As análises de dados entre diferentes tratamentos de superfície para um mesmo material cerâmico apresentou diferença estatística significativa entre todos os tratamentos para os grupos E.max, Celtra Duo e Suprinity.

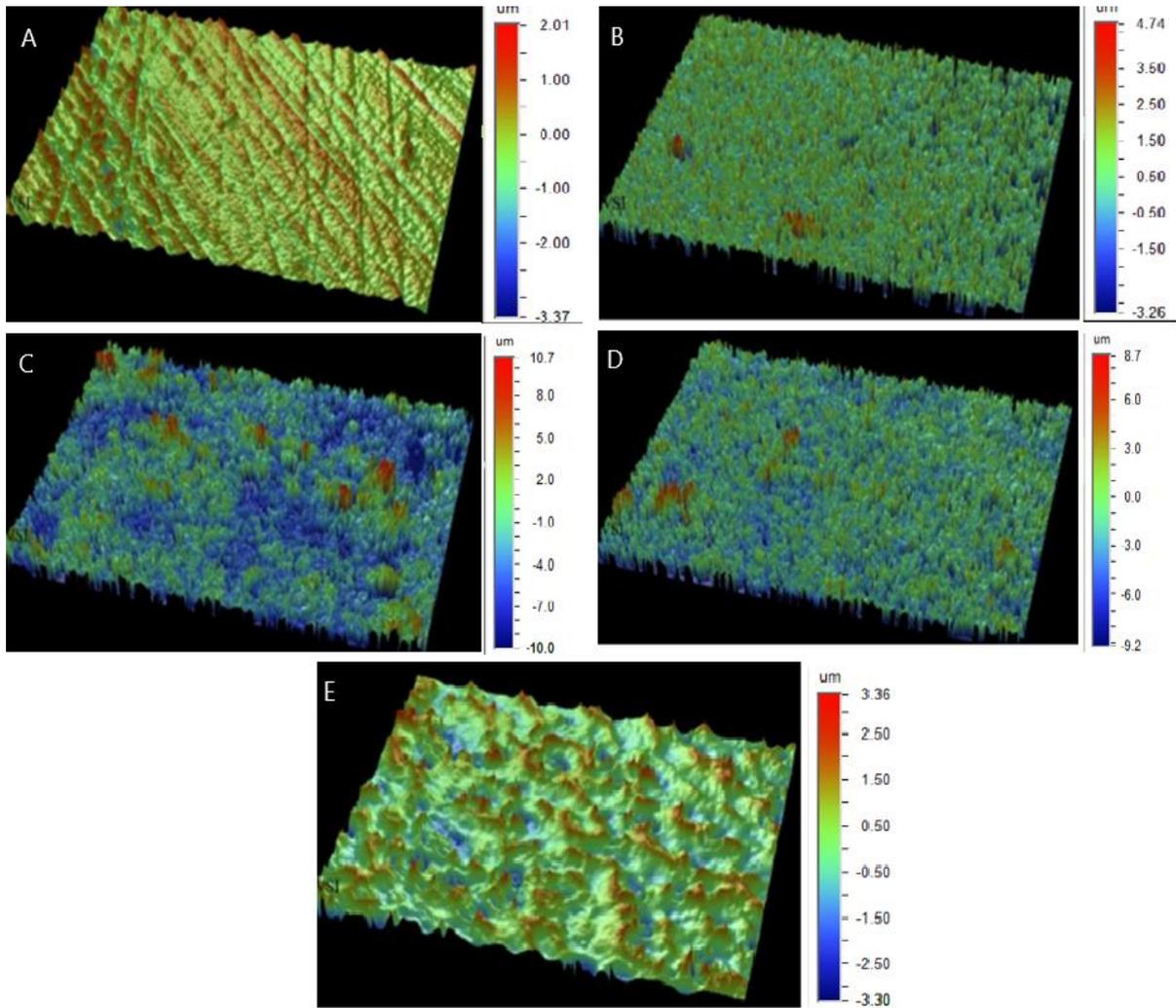


Figura 1 – Perfilometria E.max CAD sendo (A) controle; (B) ácido hidrofúorídrico 10% + silano; (C) óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  + silano; (D) Rocatec soft + silano; (E) Monobond Etch & Prime

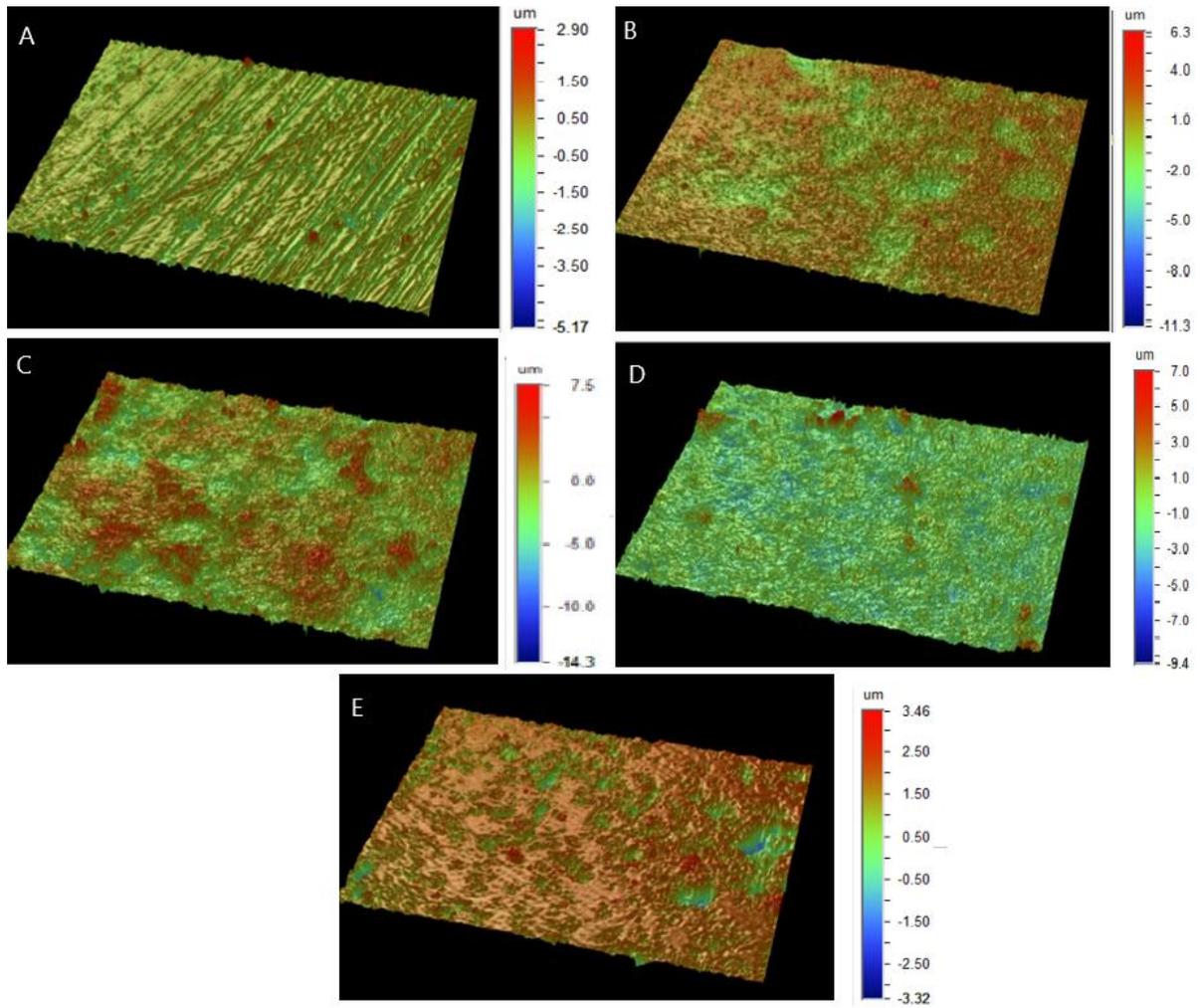


Figura 2 – Perfilometria Celtra Duo sendo (A) controle; (B) ácido hidrofúorídrico 10% + silano; (C) óxido de alumínio 50 μm + silano; (D) Rocatec soft + silano; (E) Monobond Etch & Prime

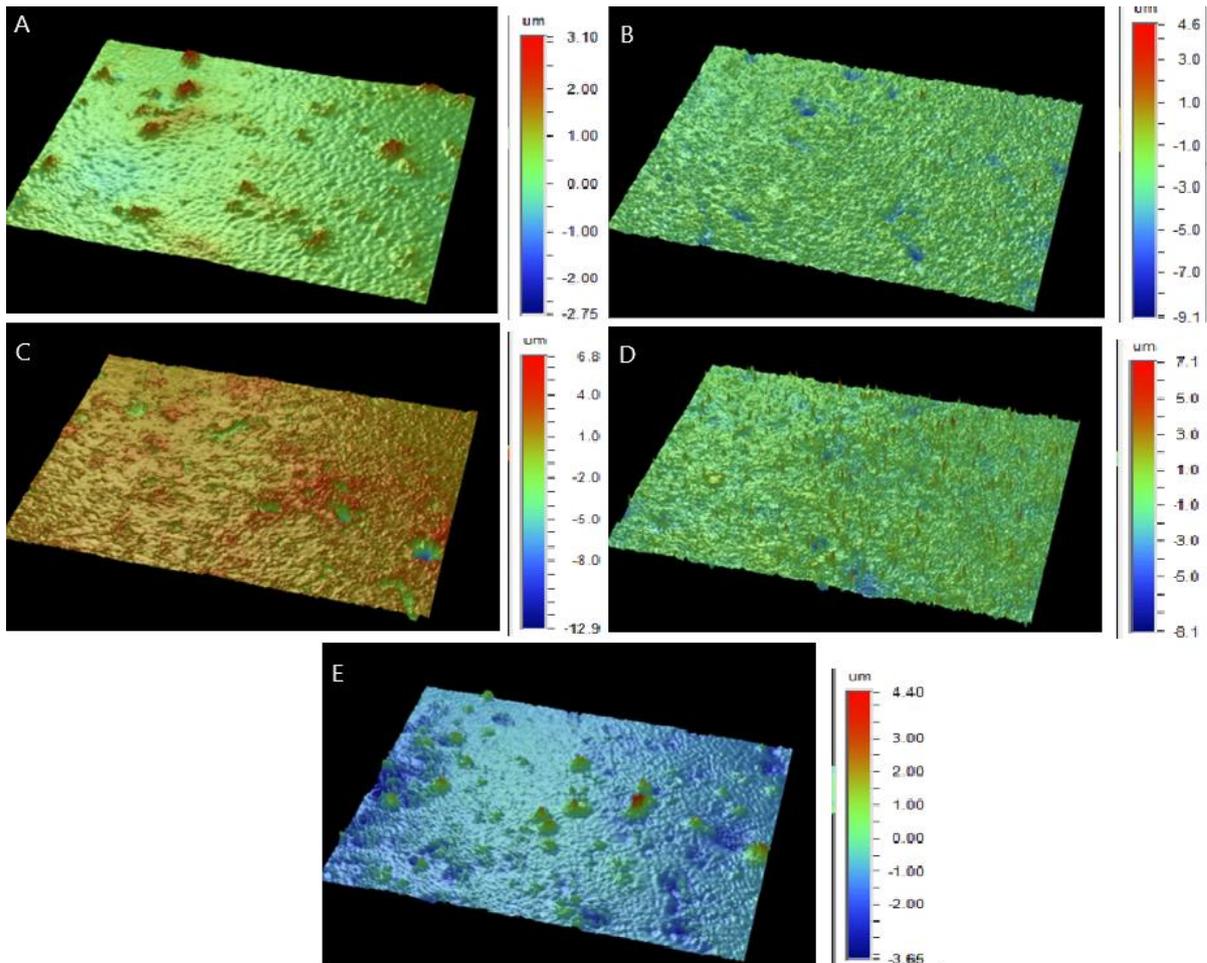


Figura 3 – Perfilometria Suprinity sendo (A) controle; (B) ácido hidrófluorídrico 10% + silano; (C) óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  + silano; (D) Rocatec soft + silano; (E) Monobond Etch & Prime

### 3.2 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

Nas imagens em MEV-FEG dos espécimes E.max, Celtra Duo e Suprinity, sem tratamento de superfície (Figura 4) é possível verificar uma superfície homogênea com a presença de ranhuras decorrentes da ação mecânica causada pela lixa no momento da confecção das amostras. Em destaque, o E.max apresenta uma imagem com deformações mais evidentes.

Nas imagens dos grupos E.HF, C.HF e S.HF podemos evidenciar a ação do HF pelo dissolução considerável da matriz vítrea (Figura 5). O Celtra Duo (C.HF) apresentou a maior dissolução entre os materiais, resultando em um aumento no nível de rugosidade superficial. Os grupos E.OA, C.OA e S.OA, referentes a figura 6 apresentam imagens basicamente similares devido a deposição total de óxido de

alumínio 50µm por toda a superfície, independentemente do tipo do material, causando grande rugosidade superficial. De forma similar, nos grupos E.R, C.R, S.R, (figura 7) é possível observar a deposição total do Rocatec 30 µm (óxido de alumínio revestido por sílica), porém torna-se visível a disposição da sílica na superfície.

Os grupos E.M, C.M e S.M, representados na figura 8, geraram imagens diferentes entre espécimes, sendo que no grupo E.M há uma maior homogeneidade. Já nos demais grupos podemos verificar visualmente deformidade na superfície, decorrente da ação de dissolução destes materiais, porém muito menor quando comparados ao grupo do Ácido Fluorídrico 10%.

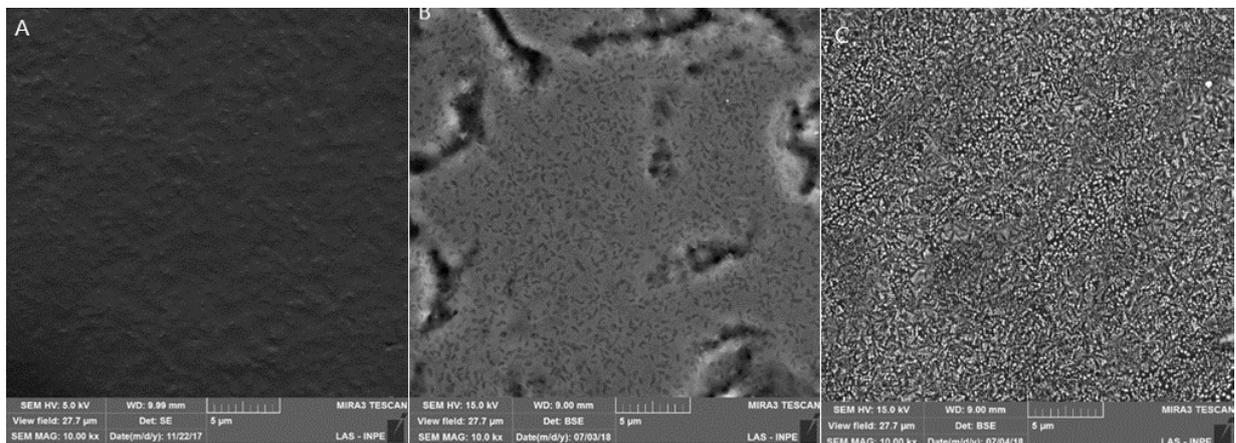


Figura 4 – Microscopia eletrônica de varredura dos grupos controle sendo (A) e.E.max; (B) Celtra Duo; (C) Suprinity.

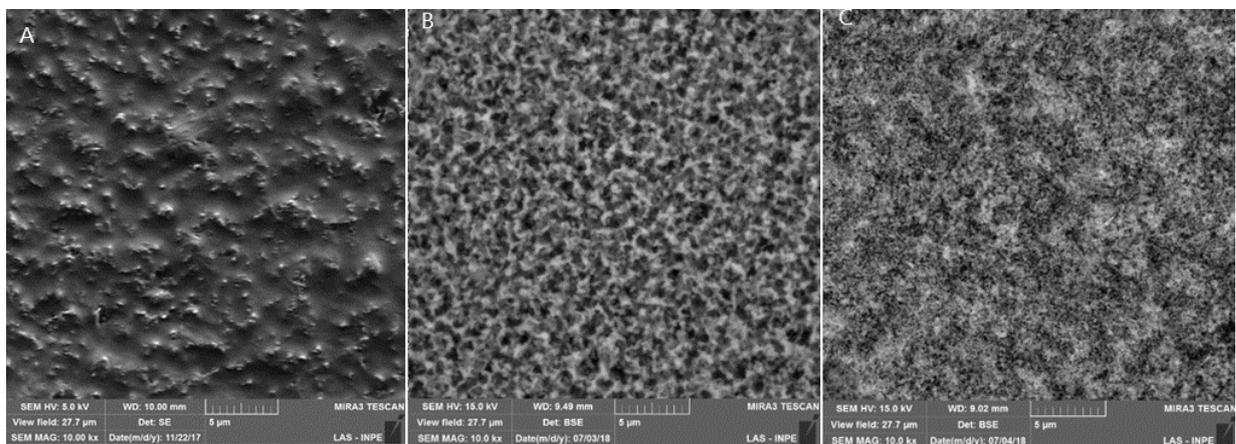


Figura 5 - Microscopia eletrônica de varredura dos grupos tratados com ácido hidrófluorídrico + silano sendo (A) e.E.max; (B) Celtra Duo; (C) Suprinity.

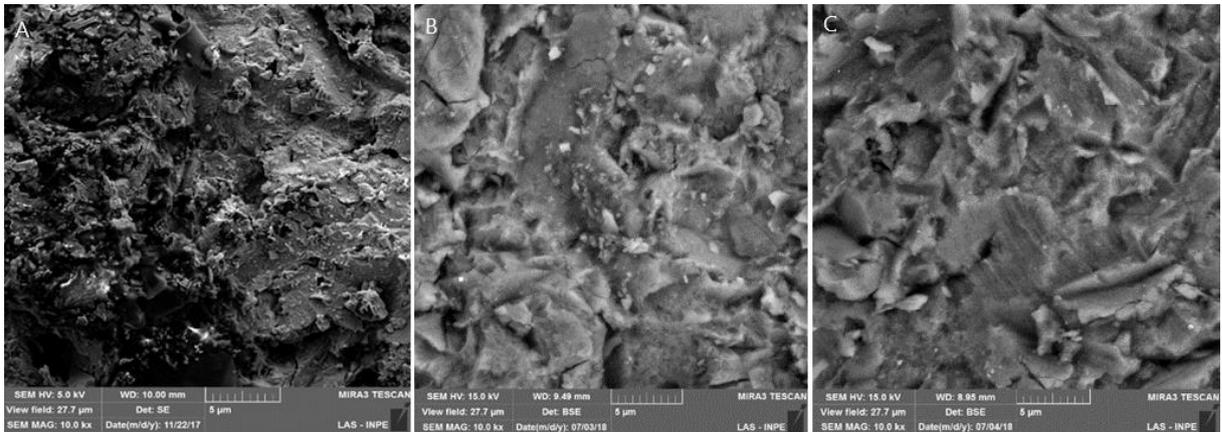


Figura 6 - Microscopia eletrônica de varredura dos grupos tratados com óxido de alumínio + silano sendo (A) e.E.max; (B) Celtra Duo; (C) Suprinity.

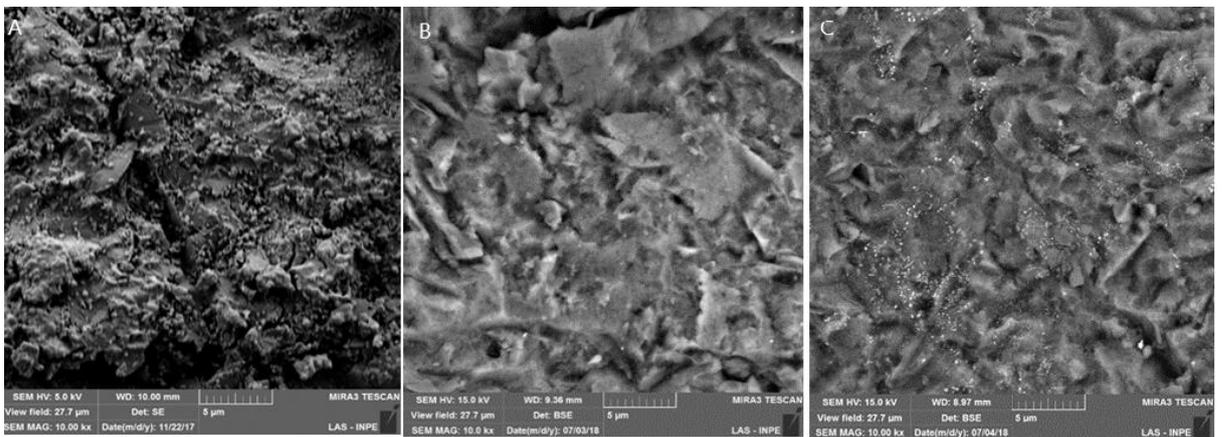


Figura 7 - Microscopia eletrônica de varredura dos grupos tratados com jateamento com Rocatec + silano sendo (A) e.E.max; (B) Celtra Duo; (C) Suprinity.

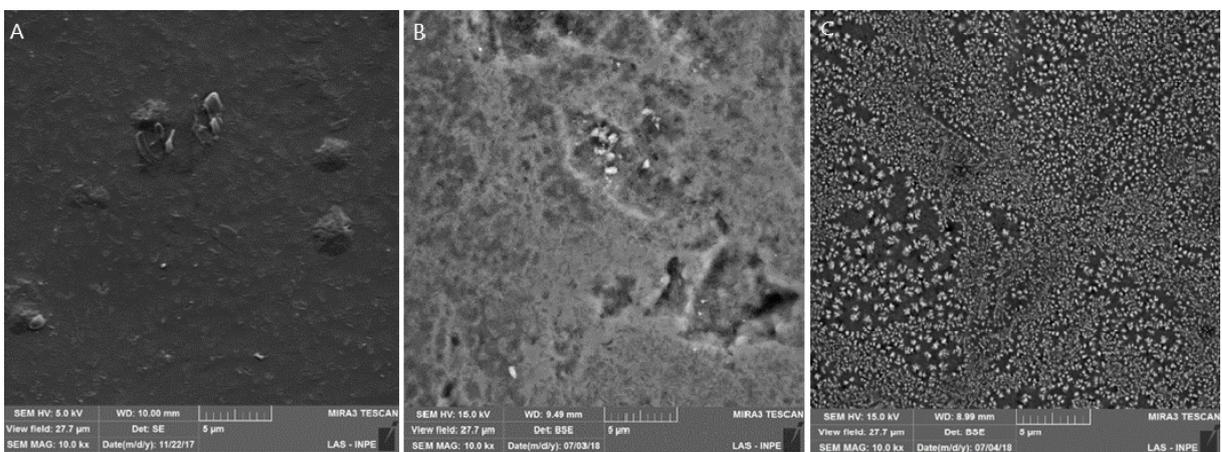


Figura 8 - Microscopia eletrônica de varredura dos grupos tratados com Monobond Etch & Prime, sendo (A) e.E.max; (B) Celtra Duo; (C) Suprinity.

### 3.3 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Os elementos e volume em peso (%) que compõem as amostras estão descritos nas tabelas a seguir:

Tabela 2 – EDS E.max CAD.

Elementos químicos								
	O	AL	C	NA	Si	K	Zr	P
<b>E.C</b>	45,7	6,5	0,4	-	43,7	3,7	-	-
<b>E.HF</b>	43,4	2,6	0,4	-	48,8	4,9	-	-
<b>E.O</b>	48,6	6,5	0,4	-	40,6	3,9	-	-
<b>E.R</b>	37,3	-	0,4	-	62,3	-	-	-
<b>E.M</b>	37,6	13,9	0,4	6,0	36,0	6,0	-	-

Tabela 3 – EDS Celtra Duo

Elementos químicos									
	O	AL	C	NA	Si	K	Zr	P	F
<b>C.C</b>	64,2	1,1	-	-	24,6	1,2	8,9	-	-
<b>C.HF</b>	56,1	0,9	10,9	-	23,5	1,0	7,6	-	-
<b>C.O</b>	57,6	1,5	11,5	-	21,3	1,0	7,1	-	-
<b>C.R</b>	57,0	1,7	12,1	-	21,3	0,9	7,1	-	-
<b>C.M</b>	49,4	0,8	18,8	-	16,2	0,7	5,0	-	9,0

Tabela 4 – EDS Suprinity

Elementos químicos								
	O	AL	C	NA	Si	K	Zr	P
<b>S.C</b>	59,0	1,0	4,2	-	25,6	1,0	6,6	2,5
<b>S.HF</b>	48,3	1,4	7,1	-	30,3	2,2	10,7	-
<b>S.O</b>	55,1	2,2	9,5	-	23,9	1,2	8,1	-
<b>S.R</b>	55,9	1,9	9,0	-	24,3	1,1	7,9	-
<b>S.M</b>	55,7	1,0	9,8	-	24,0	1,0	8,5	-

### 3.5 Resistência á flexão biaxial

Os resultados da análise dos dados estão descritos na tabela a seguir:

Tabela 5 - \*Diferentes letras revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica

TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	E.MAX			CELTRA DUO			SUPRINITY		
	Mean	*	Standard deviation	Mean	*	Standard deviation	Mean	*	Standard deviation
<b>C</b>	236,2	<b>B</b>	34,63	139,2	<b>A</b>	37,42	184,8	<b>B</b>	22,81
<b>HF</b>	289,3	<b>C</b>	41,63	195,5	<b>B</b>	42,12	269,6	<b>D</b>	27,07
<b>OA</b>	187,6	<b>A</b>	52,81	156,3	<b>A</b>	23,09	142,9	<b>A</b>	13,57
<b>R</b>	189,2	<b>A</b>	31,49	164,1	<b>AB</b>	15,97	162,4	<b>AB</b>	16,03
<b>M</b>	298,9	<b>C</b>	53,29	165,4	<b>AB</b>	33,86	215,4	<b>C</b>	43,72

Diante dos dados expostos e analisados, permite-se afirmar que nos materiais apresentados, E.max, Celtra Duo e Suprinity, o tratamento de superfície influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial. A análise dos dados, permite afirmar que para o grupo E.max, os tratamentos que envolvem o condicionamento ácido, HF e M, produziram aumento da resistência à flexão biaxial, enquanto o OA e R, geraram uma resistência inferior ao grupo controle. Para o Celtra Duo, o tratamento que envolve o HF, produziu aumento da resistência, em seguida o grupo M, porém o grupo com menor índice foi o OA, em relação ao grupo controle. Já no grupo do Suprinity, verifica-se em relação ao grupo controle, o tratamento de superfície que houve um aumento na resistência à flexão biaxial foi o grupo HF, seguido pelo grupo M e onde obteve-se uma resistência flexural inferior, foi o grupo OA e R. Dessa forma, pode-se observar que houve uma semelhança entre os grupos, relacionando os tratamentos de superfície e o índice de resistência à flexão biaxial.

## 4 DISCUSSÃO

O estudo do desempenho mecânico dos materiais dentários é o que dá suporte para suas indicações no tratamento clínico. Para as cerâmicas dentárias, propriedades mecânicas, como a resistência à flexão (BELLI et al., 2014), são extremamente importantes. A resistência à flexão é empregada para determinar a fragilidade do material, por meio da tensão empregada e a sua força de ruptura (KOIS et al., 2013; KANG, CHANG, SON, 2013). Dessa forma, o objetivo do presente estudo foi analisar se o tratamento de superfície empregado no material cerâmico influenciaria significativamente sobre a resistência à flexão biaxial e a rugosidade superficial de cada um, tendo em vista que a longevidade e efetividade dos procedimentos pode ser influenciada pelo tratamento de superfície eleito. Além disso, a superfície dos corpos de prova foi analisada qualitativamente, considerando os tratamentos de superfície empregados.

O presente estudo avaliou microestruturalmente cada material cerâmico, e as formas cristalizadas apresentaram composição química similar entre Suprinity (S) e Celtra Duo (C), com base na porcentagem de massa atômica de elementos químicos, tais como oxigênio, sílica, zircônia, alumínio, potássio, carbono, fósforo e flúor, diferentemente do estudo de Riquieri et al. (2018) e Lawson et al., 2016, que obtiveram como base os elementos químicos, oxigênio, sílica, zircônia, alumínio e potássio. As análises de EDS (Tabelas 2, 3 e 4) não apresentaram a presença do elemento lítio (Li), e devido a isso, não é possível assegurar que eles apresentem a mesma composição química, assim como no estudo anterior de Riquieri et al., (2018). Entretanto, diferentes estudos anteriores alegam a presença de lítio, utilizando o EDS (LAWSON et al., 2016; RAMOS et al., 2014). Houve uma variância em relação as proporções de massa de zircônio, visto que o presente estudo apresentou entre 5,0% – 10,7%, Riquieri et al., 2018, apresentaram entre 12-13%, e o fabricante relata obter ~10% (Vita Zahnfabrik, 2014; DENSTPLY, 2014). No grupo E.R nota-se que o Monobond Each and Prime causou redução na concentração de sílica, mesmo comparado ao grupo controle, devido ao seu potencial de dissolução de materiais.

Para a efetividade das restaurações cerâmicas, são discutidos diferentes tratamentos de superfície, de acordo com a microestrutura e composição química do material restaurador (NAGAI et al., 2005) e diante dos materiais cerâmicos eleitos, Celtra Duo e Suprinity, não é possível afirmar que há um consenso na literatura sobre

o tratamento de superfície padrão, em vista da sua composição química, estando presente aproximadamente 10% de óxido de zircônio.

Peumans et al., em 2016, verificou que ao aumentar a rugosidade superficial através de tratamentos de superfície de materiais cerâmicos, houve um menor impacto na microtensão quando feito o condicionamento químico, porém a aplicação de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , não contribuiu para reduzir essa propriedade. Segundo Kern et al., 1994, o jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , deveria ser evitado, uma vez que a perda de volume da cerâmica pode ser excessiva. Apenas 1 segundo de jateamento com pressão de 2,5 bar e tamanho de partícula de 110  $\mu\text{m}$  é capaz de remover 1  $\text{mm}^3$  de material cerâmico. O jateamento com óxido de alumínio tem por finalidade melhorar a força de ligação (SOARES et al., 2009; ELSAKA, 2014) e expor uma área reativa da cerâmica (KERN, 2006), obtendo-se uma superfície rugosa, entretanto, diante dos resultados expostos, em todos os grupos, o jateamento com OA gerou a menor resistência à flexão biaxial, ressaltando que no grupo do E.max ficou mais baixo que o grupo controle. Como analisado no presente estudo, as cerâmicas reforçadas utilizadas, são ácido sensíveis e o jateamento de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  não causou eficiências na flexão biaxial.

Além disso, pesquisas apontam que mesmo com o aumento da rugosidade, como podemos verificar nos testes realizados, MEV e Perfilometria, o jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  não parece ser o melhor procedimento para as cerâmicas ZLS, devido à probabilidade de microfissuras na superfície, ocasionando falha prematura (PEUMANS et al., 2016; SPITZNAGEL et al., 2014). Sarmiento et al. (2011), visaram que partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 110  $\mu\text{m}$ /3,5 bar promoveram os maiores valores de rugosidade entre os grupos experimentais, porém o jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , independentemente do tamanho das partículas e da pressão utilizada, promoveu danos superficiais na cerâmica, na forma de ranhuras e de lascamentos, diferente do observado nos grupos jateados com  $\text{SiO}_2$ , com a presença de uma camada irregular de sílica sobre a superfície dos espécimes. Pode-se observar, nos testes realizados, MEV e Perfilometria que ocorre uma mudança superficial grande, comparada aos outros grupos realizados.

O sistema Rocatec® de deposição superficial de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) é o meio de tratamento de superfície das zircônias que promove os melhores resultados de resistência adesiva aos agentes cimentantes resinosos (BANDEIRA et al., 2008), semelhantes aos obtidos com dissilicato de lítio (E.max) condicionadas com ácido

fluorídrico e agente silano, Entretanto, ainda não há consenso na literatura sobre o tratamento de superfície das cerâmicas a base de zircônia. De acordo com os resultados obtidos, os grupos tratados com Rocatec (R) apresentaram resultados semelhantes aos grupos que receberam jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , não apresentando um aumento significativo na resistência à flexão biaxial, visto que se conclui que as cerâmicas pesquisadas são ácido sensíveis.

Diante dos materiais cerâmicos reforçados utilizados, os grupos S e C apresentam em sua composição o elemento químico Zr, visando um aumento na resistência mecânica, porém segundo Monteiro et al. (2018) e Peumans et al. (2016), a presença da matriz vítrea em suas estruturas, permite que essa classe de cerâmicas (ZLS), sejam condicionadas pelo ácido fluorídrico, assim como o dissilicato de lítio (IPS E.max).

No estudo de Luo et al. (2014), observou-se um aumento da rugosidade superficial na cerâmica a base de dissilicato de lítio após condicionamento ácido. Para dissilicato de lítio, que é uma cerâmica consagrada do sistema CAD/CAM, alguns autores advogam a associação do condicionamento com ácido fluorídrico (concentração de 5% à 10%, por 20 segundos) com o uso de agentes de união (silano) ser o tratamento de superfície eleito (NAGAI et al., 2005). Investigadores sugeriram que o uso de silano e uma camada de agente cimentante de resina pode aumentar a resistência da cerâmica condicionadas pelo HF (BAN e ANUSAVICE, 1990).

Timothy et al., em 2014, avaliou a resistência à flexão do dissilicato de lítio após receber aplicação de HF de 5% e 9,5% por 20 e 120 segundos, e afirmou que o ataque com ácido fluorídrico diminuiu a resistência à flexão nas duas concentrações e tempos de exposição. Com isso, os autores deste estudo, enfatizam que o padrão de degradação ácida não criou aumento de tensão suficientes para afetar a resistência à flexão. Segundo Luo et al., 2014, o aumento do tempo de condicionamento ácido influencia a rugosidade de superfície e resistência flexural de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio. Além disso, Sato et al., 2016, Peumans et al., 2016, Monteiro et al., 2018., afirmam que o tratamento de superfície das cerâmicas reforçadas com óxido de zircônio obtém resultados satisfatórios, apesar delas possuírem em sua composição o Zr. Visto no presente estudo, podemos afirmar que o grupo HF, onde também foi realizado a aplicação de silano, os resultados frente a resistência à flexão biaxial foram elevados e de desempenho satisfatório.

O Monobond Etch & Prime (MEP) é uma solução que contém polifluoreto de amônio, um sal ácido utilizado no condicionamento de vidros e silicatos, para obtenção de uma aspereza que garanta retenção micromecânica (EL-DAMANHOURYA e GAINANTZOPOULOU, 2018). Entretanto, alguns estudos afirmam que essa solução tem uma acidez inferior ao HF, por isso, observa-se uma corrosão menos agressiva. (MURILLO-GÓMEZ F. et al. 2018) Além de proporcionar uma superfície cerâmica mais lisa (MURILLO-GÓMEZ F. et al., 2019), resultando em menor rugosidade superficial. Podemos afirmar no presente estudo, em decorrência do teste de perfilometria realizado, que a superfície com aplicação de MEP obtém valores significativamente inferiores para a rugosidade superficial (Tabela 1). Entretanto, no trabalho de Dönmez et al. (2018), houve a comparação da influência de vários tratamentos de superfícies, em relação a resistência de união ao cisalhamento e rugosidade superficial de vitrocerâmicas, dissilicato de lítio, onde a utilização de MEP, pode ser um método útil para obter valores de resistência de união adequados, visto que a rugosidade superficial dos grupos MEP foi maior do que comparado ao grupo HF e ao grupo com irradiação de laser.

Segundo Lyann et al., 2019, os tratamentos de superfície com HF seguidos de silano ou Monobond Etch & Prime (MEP) isoladamente, foram eficazes no aumento da resistência. Assim como pode ser comprovado nessa pesquisa, na qual há uma aproximação dos valores estatísticos da resistência a flexão dos grupos com aplicação de HF e MEP, ressaltando que são os maiores resultados em vista de todos os grupos executados. Destaca-se que no grupo E, o grupo com aplicação de MEP, obteve valor estatístico maior do que todos os outros grupos, porém não estatisticamente maior do que o grupo com aplicação de HF e sim significativamente semelhantes.

No presente estudo, podemos enfatizar que os tratamentos de superfícies aplicadas nas cerâmicas reforçadas, possuem influência direta na rugosidade superficial. Diante da flexão biaxial, o E.max, Celtra Duo e Suprinity sofreram influência com o tipo de tratamento de superfície aplicado. Podemos afirmar que são necessários mais estudos que demonstrem e determinem o protocolo para essas cerâmicas reforçadas, entretanto, com a pesquisa realizada pode-se concordar com os fabricantes e autores, que afirmam, que o grupo HF seja eficaz para o desempenho funcional de cada cerâmica estudada.

## **CONCLUSÃO**

Diante do presente estudo, pode-se concluir que:

- O tratamento de superfície alterou a rugosidade das cerâmicas testadas;
- A resistência à flexão biaxial sofreu alterações diante do tratamento de superfície empregado em cada material cerâmico;
- Para todos os materiais cerâmicos reforçados envolvidos, apesar da composição química diferente, o tratamento de superfície no qual obteve-se maiores resultados na resistência à flexão biaxial foram os grupos HF e M.

## REFERÊNCIAS

- ALSHEHRI SA. An investigation in to the role of core porcelain thickness and lamination in determining the flexural strength of In-Ceram dental materials. **J Prosthodont** 20, 261-266, (2011).
- ATAOLAS, ERGUN G. Effects of surface treatment son repair bond strength of a new CAD/CAM ZLS glass ceramic and two different types of CAD/CAM ceramics. **Journal of Oral Science**, Vol. 60, No. 2, 201-211, 2018
- ATTIA A. Influence of surface treatment and cyclicloading on the durability of repaired all-ceramic crowns. **J Appl Oral Sci** 18, 194-200, (2010).
- AWAD D, STAWARCZYK B, LIEBERMANN A, ILIE N. Translucency of esthetic dental restorative CAD/CAM material sand composite resin with respect to thickness and surface roughness. **J Prosthet Dent** 2015; 113(6):534–40.
- BANDEIRA, A.F.; LAGUSTERA, C. E.; SICOLI, E. A.; MENDONÇA, M. J. Superficial treatment of the reinforced in ceram ceramic before the luting procedures - literature review. **RFO**, v. 13, n. 1, p. 80-85, janeiro/abril 2008
- BAN S.; ANUSAVICE KJ. Influence of test method on failure stress of brittle materials. **J Dent Res**. V. 12, p. 1791-1799, 1990
- BELLI, R; GEINSZER, E; MUSCHWECK, A; PETSCHKEKT, A; LOHBAUER U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. **Dental Materials**, v.30, n.4, p 424-432, 2014.
- BELLI R, WENDLER M, DE LIGNY D, CICCONE MR, PETSCHelta, PETERLIK H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater** 2017; 33(1):84–98
- BLATZ, M.B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 89, n.3, p. 268-274, 2003
- BOTTINO MA et al. Inlays made from a hybrid material: adaptation and bond strengths. **Operative Dentistry** 2015; 40(3): E83-E91.

CELTRA DUO®. Celtra block for cerec and inlab. DeguDent GmbH, Hanau, Wolfgang, Alemanha: **Dentsply** Indústria e Comércio Ltda; 2014

CONRAD HJ, SEONG WJ, PESUN IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. **J Prosthet Dent.**2007; 98(5): 389-404.

DAVIDOWITZ G, KOTICK PG. The use of CAD/CAM in dentistry. **Dent Clin N Am.** 2011; 55(3): 559.

DÖNMEZ MB, YUCEL MT, KILIC I, OKUTAN Y. Novel ceramic primer vs. conventional treatment methods: Effects on roughness and bond strength of all-ceramic restorations. **Am J Dent.** 2018 Oct;31(5):249-252

EL-DAMANHOURY, H. M.; GAINANTZOPOULOU, M. D. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. **J Prosthodont Res** v. 62, n. 1, p. 75-83, 2018.

ELSAKA SE, ELNAGHY AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithiumsilicate glass-ceramic. **Dent Mater** 2016; 32(7):908–14.

KANG, S. H.; CHANG, J.; SON, H. H.; Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. **Restorative Dentistry and Endodontics.** V.38, n.3, p. 134-140, 2013.

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.

KOIS, D. E.; ISVILANONDA, V.; CHAIYABUTR, Y.; KOIS, J. C. Evaluation of fracture resistance and failure risks of posterior partial coverage restoration. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry.** V.25, n.2, p. 110-12, 2013

KRUGER S, DEUBENER J, RITZBERGER C, HOLAND W. Nucleation kinetics of lithiummetasilicate in zro<sub>2</sub>-bearing lithiumdisilicate glasses for dental application. **Int J Applied Glass Sci.** 2013; 4(1):9-19

LAWSON NC, BANSAL R, BURGESS JO. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. **Dent Mater** 2016;32(11): e 275–83.

LI RW, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of art. **J Prosthodont Res.** 2014; 58(4):208-216.

LUDOVICHETTIFS· TRINDADE FZ., WERNER A., KLEVERLAAN CJ· FONSECA RG., Wear resistance and abrasiveness of CAD-CAM. Monolithic materials. **J Prosthet Dent.** 2018 Aug; 120(2):318.e1-318.e8.

LUO X.; Ren D.; Nick S. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. **Dent Mater J.** V.30, p. 330-336, 2014

LYANN SK, TAKAGAKI T, NIKAIDO T, WADA T, UO M, IKEDA M, SADR A, TAGAMI J. Efficacy of Various Surface Treatments on the Bonding Performance of Saliva-contaminated Lithium-Disilicate Ceramics. **J Adhes Dent.** 2019;21(1):51-58. doi: 10.3290/j.jad.a41918.

MATZINGER, M., HAHNEL, S., PREIS, V. ET AL. Polishing effects and wear performance of chair side CAD/CAM materials. **Clin Oral Invest** (2018).

<https://doi.org/10.1007/s00784-018-2473-3>

MONTEIRO JB, ET AL. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. **Dent Mater** (2018).

MURILLO-GÓMEZ F, et al. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. **Dent Mater** (2018),

MURILLO-GÓMEZ F, DE GOES MF. Bonding effectiveness of tooth-colored materials to resin cement provided by self-etching silane primer after short- and long-term storage. **J Prosthet Dent.** 2019 Mar 11. pii: S0022-3913(19)30072-1

NAGAI, T., KAWAMOTO Y., KAKEHASHI Y., MATSUMURA H., Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents, **J. Oral. Rehabil.** 32, 8 (2005) 598

PEUMANS M, VALJAKOVA EB, DE MUNCK J, MISHEVSKA CB, VANMEERBEEK B. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. **J Adhes Dent** 2016; 18(4):289–302.

PREIS V, BEHR M, HAHNEL S, ROSENTRITT M. Influence of cementation on in vitro performance, marginal adaptation and fracture resistance of CAD/CAM-fabricated ZLS molar crowns. **Dent Mater.** 2015 Nov;31(11):1363-9

RAMOS, Nathália de Carvalho. Caracterização microestrutural e crescimento subcrítico de trincas em cerâmicas odontológicas. 2014. 73 f. Dissertação (mestrado) - **UNESP** - Univ Estadual Paulista, Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, 2014

RINKE S, RÖDIGER M, ZIEBOLZ D, SCHMIDT AK. Fabrication of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic restoration using a complete digital workflow.

**Case Rep Dent** 2015; 2015, <http://dx.doi.org/10.1155/2015/162178>. Article ID 162178, 7pages

RIQUIERI H, et al. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. **Dent Mater** (2018), <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.06.010>

SARMENTO et al. – Influência de Protocolos de Jateamento na Rugosidade da Superfície de uma Cerâmica. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*, João Pessoa, 11(2): 231-238, abr./jun. 2011

SATO TP, ANAMI LC, MELO RM, et al., Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia reinforced lithium silicate ceramic. **Oper Dent**. 2016 May-June; 41(3):284-92

SCHWINDLING FS, RUES S, SCHMITTER M. Fracture resistance of glazed, full-contour ZLS incisor crowns. **J Prosthodont Res** 2017;61(3):344–9.

SKUPIEN, et al. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. **Braz Oral Res**. 29(1):1-8, 2015.

SPITZNAGEL, F. A. et al. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. **J Esthetic Restor Dent**, v. 26, n. 6, p. 382-393, 2014.

TIMOTHY S. et al. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. **J Dent Res**. V.112 n. 5, p. 1164-1170

VITA SUPRINITY®. Technical and scientific documentation. Bad Säckingen, Germany: Vita Zahnfabrik; 2014

## **CONSIDERAÇÕES FINAIS**

A pesquisa realizada *in vitro* apresenta que os tratamentos de superfícies, podem afetar a resistência à flexão biaxial de determinadas cerâmicas, como E.max, Suprinity e o Celtra Duo, ou seja, cada material se comporta de forma diferente frente ao tratamento de superfície. Visto os grupos com aplicação de ácido fluorídrico e monobond *each and prime*, a concentração, bem como o tempo de condicionamento são fundamentais para se obter conclusões definitivas.

## REFERÊNCIAS

- ALSHEHRI SA. An investigation in to the role of core porcelain thickness and lamination in determining the flexural strength of In-Ceram dental materials. **J Prosthodont** 20, 261-266, (2011).
- ATAOLAS, ERGUN G· Effects of surface treatment son repair bond strength of a new CAD/CAM ZLS glass ceramic and two different types of CAD/CAM ceramics. **Journal of Oral Science**, Vol. 60, No. 2, 201-211, 2018
- ATTIA A. Influence of surface treatment and cyclicloading on the durability of repaired all-ceramic crowns. **J Appl Oral Sci** 18, 194-200, (2010).
- AWAD D, STAWARCZYK B, LIEBERMANN A, ILIE N. Translucency of esthetic dental restorative CAD/CAM material sand composite resin swith respect to thickness and surface roughness. **J Prosthet Dent** 2015; 113(6):534–40.
- BANDEIRA, A.F.; LAGUSTERA, C. E.; SICOLI, E. A.; MENDONÇA, M. J. Superficial treatment of the reinforced in ceram ceramic before the luting procedures - literature review. **RFO**, v. 13, n. 1, p. 80-85, janeiro/abril 2008
- BAN S.; ANUSAVICE KJ. Influence of test method on failure stress of brittle materials. **J Dent Res**. V. 12, p. 1791-1799, 1990
- BELLI, R; GEINSZER, E; MUSCHWECK, A; PETSCHKEKT, A; LOHBAUER U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. **Dental Materials**, v.30, n.4, p 424-432, 2014.
- BELLI R, WENDLER M, DE LIGNY D, CICONI MR, PETSCHelta, PETERLIK H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater** 2017; 33(1):84–98
- BLATZ, M.B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 89, n.3, p. 268-274, 2003

BOTTINO MA et al. Inlays made from a hybrid material: adaptation and bond strengths. **Operative Dentistry** 2015; 40(3): E83-E91.

CELTRA DUO®. Celtra block for cerec and inlab. DeguDent GmbH, Hanau, Wolfgang, Alemanha: **Dentsply** Indústria e Comércio Ltda; 2014

CONRAD HJ, SEONG WJ, PESUN IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. **J Prosthet Dent.**2007; 98(5): 389-404.

DAVIDOWITZ G, KOTICK PG. The use of CAD/CAM in dentistry. **Dent Clin N Am.** 2011; 55(3): 559.

DÖNMEZ MB, YUCEL MT, KILIC I, OKUTAN Y. Novel ceramic primer vs. conventional treatment methods: Effects on roughness and bond strength of all-ceramic restorations. **Am J Dent.** 2018 Oct;31(5):249-252

EL-DAMANHOURY, H. M.; GAINANTZOPOULOU, M. D. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. **J Prosthodont Res** v. 62, n. 1, p. 75-83, 2018.

ELSAKA SE, ELNAGHY AM. Mechanical properties of zirconia reinforce dlithiumslicate glass-ceramic. **Dent Mater** 2016; 32(7):908–14.

KANG, S. H.; CHANG, J.; SON, H. H.; Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. **Restorative Dentistry and Endodontics.** V.38, n.3, p. 134-140, 2013.

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.

KOIS, D. E.; ISVILANONDA, V.; CHAIYABUTR, Y.; KOIS, J. C. Evaluation of fracture resistance and failure risks of posterior partial coverage restoration. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry.** V.25, n.2, p. 110-12, 2013

KRUGER S, DEUBENER J, RITZBERGER C, HOLAND W. Nucleation kinetics of lithiummetasilicate in zro<sub>2</sub>-bearing lithiumdisilicate glasses for dental application. **Int J Applied Glass Sci.** 2013; 4(1):9-19

LAWSON NC, BANSAL R, BURGESS JO. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. **Dent Mater** 2016;32(11): e 275–83.

LI RW, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of art. **J Prosthodont Res**. 2014; 58(4):208-216.

LUDOVICHETTIFS· TRINDADE FZ., WERNER A., KLEVERLAAN CJ· FONSECA RG., Wear resistance and abrasiveness of CAD-CAM. Monolithic materials. **J Prosthet Dent**. 2018 Aug; 120(2):318.e1-318.e8.

LUO X.; Ren D.; Nick S. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. **Dent Mater J**. V.30, p. 330-336, 2014

LYANN SK, TAKAGAKI T, NIKAIDO T, WADA T, UO M, IKEDA M, SADR A, TAGAMI J. Efficacy of Various Surface Treatments on the Bonding Performance of Saliva-contaminated Lithium-Disilicate Ceramics. **J Adhes Dent**. 2019;21(1):51-58. doi: 10.3290/j.jad.a41918.

MATZINGER, M., HAHNEL, S., PREIS, V. ET AL. Polishing effects and wear performance of chair side CAD/CAM materials. **Clin Oral Invest** (2018).  
<https://doi.org/10.1007/s00784-018-2473-3>

MONTEIRO JB, ET AL. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. **Dent Mater** (2018).

MURILLO-GÓMEZ F, et al. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. **Dent Mater** (2018),

MURILLO-GÓMEZ F, DE GOES MF. Bonding effectiveness of tooth-colored materials to resin cement provided by self-etching silane primer after short- and long-term storage. **J Prosthet Dent**. 2019 Mar 11. pii: S0022-3913(19)30072-1

NAGAI, T., KAWAMOTO Y., KAKEHASHI Y., MATSUMURA H., Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents, **J. Oral. Rehabil.** 32, 8 (2005) 598

PEUMANS M, VALJAKOVA EB, DE MUNCK J, MISHEVSKA CB, VANMEERBEEK B. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. **J Adhes Dent** 2016; 18(4):289–302.

PREIS V, BEHR M, HAHNEL S, ROSENTRITT M. Influence of cementation on in vitro performance, marginal adaptation and fracture resistance of CAD/CAM-fabricated ZLS molar crowns. **Dent Mater.** 2015 Nov;31(11):1363-9

RAMOS, Nathália de Carvalho. Caracterização microestrutural e crescimento subcrítico de trincas em cerâmicas odontológicas. 2014. 73 f. Dissertação (mestrado) - **UNESP** - Univ Estadual Paulista, Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, 2014

RINKE S, RÖDIGER M, ZIEBOLZ D, SCHMIDT AK. Fabrication of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic restoration using a complete digital workflow. **Case Rep Dent** 2015; 2015, <http://dx.doi.org/10.1155/2015/162178>. Article ID 162178, 7pages

RIQUIERI H, et al. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. **Dent Mater** (2018), <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.06.010>

SARMENTO et al. – Influência de Protocolos de Jateamento na Rugosidade da Superfície de uma Cerâmica. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*, João Pessoa, 11(2): 231-238, abr./jun. 2011

SATO TP, ANAMI LC, MELO RM, et al., Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia reinforced lithium silicate ceramic. **Oper Dent.** 2016 May-June; 41(3):284-92

SCHWINDLING FS, RUES S, SCHMITTER M. Fracture resistance of glazed, full-contour ZLS incisor crowns. **J Prosthodont Res** 2017;61(3):344–9.

SKUPIEN, et al. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. **Braz Oral Res.** 29(1):1-8, 2015.

SPITZNAGEL, F. A. et al. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. **J Esthetic Restor Dent**, v. 26, n. 6, p. 382-393, 2014.

TIMOTHY S. et al. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. **J Dent Res.** V.112 n. 5, p. 1164-1170

VITA SUPRINITY®. Technical and scientific documentation. Bad Säckingen,  
Germany: Vita Zahnfabrik; 2014