

JORDANA DIAS MARTINS

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO MICROCISALHAMENTO EM  
CERÂMICAS VÍTREAS REFORÇADAS SUBMETIDAS 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

JORDANA DIAS MARTINS

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO MICROCISALHAMENTO EM  
CERÂMICAS VÍTREAS REFORÇADAS SUBMETIDAS 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>. Dra. Fabíola Pessoa Pereira Leite  
Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF

---

Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho  
Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF

---

Prof. Dr. Ronaldo Luís Almeida de Carvalho  
Universidade Brazcubas

## Ficha Catalográfica

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus, por sempre ter me dado forças e nunca ter deixado eu desistir, sempre superando todos os obstáculos.

Aos meus pais Carlos e Suimara e minha irmã Gabriela, que são responsáveis por tudo que alcancei. Sempre foram minha base, me apoiando e incentivando em todos os momentos da minha vida.

Ao meu namorado Lucas, por sempre está ao meu lado e me fazer acreditar que sou capaz. Por todo carinho, amor, dedicação, paciência e incentivo.

À minha querida Orientadora Professora Fabíola Leite, pelas inúmeras oportunidades que sempre me deu, desde a graduação. Com certeza elas foram fundamentais para minha evolução, sempre incentivando o aprimoramento científico e profissional.

Ao Professor Ronaldo Carvalho, por toda dedicação, atenção e incentivo. Pela disponibilidade em sempre ajudar em todas as etapas da pesquisa, desde as análises estatísticas até as várias visitas ao laboratório em São José dos Campos.

Aos Professores Rodrigo Carvalho e Leonardo Cunha por terem participado da minha banca de qualificação e contribuído para o aprimoramento deste trabalho.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, em especial ao Professor Estevão Kimpara, Jean Miranda, Thais Paradella e Marcio, pela receptividade, competência, confiança e disponibilidade.

Ao Professor João Paulo Machado do Laboratório de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, por toda disponibilidade, atenção e contribuição para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Senhor Silvério e Carla Visentin do Laboratório Integrado de Pesquisas Odontológicas – UFJF, por todo auxílio, disponibilidade e apoio.

Aos amigos e colegas do Mestrado, por toda contribuição e parceria.

Aos funcionários do Mestrado PPGCO – UFJF, Cláudio e Letícia, por toda atenção, apoio e paciência.

À Faculdade de Odontologia da UFJF, por ser minha segunda casa durante 7 anos.

## RESUMO

As cerâmicas de silicato de lítio reforçada com zircônia (ZLS) foram desenvolvidas com o intuito de criar materiais cerâmicos com alto desempenho mecânico e estético. As mesmas não possuem um protocolo de tratamento de superfície consolidado. Sendo assim, o objetivo desse estudo foi avaliar o efeito de diferentes tipos de tratamentos de superfície na resistência adesiva ao microcissalhamento de cerâmicas ZLS e cerâmica de dissilicato de lítio cimentadas com um cimento resinoso, submetidas à termociclagem. Foram utilizados os materiais Celtra Duo, VITA Suprinity e IPS E.max CAD. Confeccionou-se pastilhas cerâmicas com dimensões de 15x15x2 mm, as quais foram submetidas a 4 tratamentos de superfície: Ácido fluorídrico 10% e silano Relyx ceramic primer; Jateamento com óxido de alumínio 50µm e silano; Jateamento com Rocatec® 30µm e silano; e aplicação de Monobond Etch & Prime. Após o tratamento foram confeccionados cilindros, com 3mm de diâmetro, de cimento resinoso sobre as superfícies cerâmicas. Todas as amostras foram submetidas à termociclagem. Após o envelhecimento, foram submetidas ao ensaio mecânico de microcissalhamento. Foram realizadas análises complementares: Perfilometria, Microscopia eletrônica de varredura e Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X. Os dados obtidos foram submetidos às análises estatísticas de variância (ANOVA) e teste de comparação múltipla de Tukey. O tratamento de superfície que apresentou maior média de resistência a adesão, através do ensaio de microcissalhamento, foi o condicionamento com Ácido Hidrofluorídrico à 10% em todas as cerâmicas analisadas. Pode-se concluir que a resistência ao microcissalhamento é influenciada por cada tratamento de superfície empregado e é dependente de cada material cerâmico.

## ABSTRACT

Zirconium-reinforced lithium silicate (ZLS) ceramics were developed with the purpose of creating ceramic materials with high mechanical and aesthetic performance. They do not have a defined surface treatment protocol. Thus, the objective of this study was to evaluate the effect of different types of surface treatments on the microcrystalline adhesive strength of ZLS ceramics and lithium disilicate ceramics cemented with a resin cement after thermocycling. The materials Celtra Duo, VITA Suprinity and IPS E.max CAD were used. Ceramic tablets with dimensions of 15x15x2 mm were made, which were submitted to 4 surface treatments: 10% hydrofluoric acid and silane; Blasting with 50 $\mu$ m aluminum oxide and silane; Blasting with Rocatec® 30 $\mu$ m and silane; and application of Monobond Etch & Prime. After the treatment, cylinders, 3mm in diameter, were made of resin cement on the ceramic surfaces. All samples were submitted to thermocycling. After aging, they were submitted to the micro-shear mechanical test. Additional analyzes were performed: Profilometry, Scanning Electron Microscopy and X-ray Dispersive Energy Spectrometry. Data were submitted to statistical analysis of variance (ANOVA) and Tukey's multiple comparison test. The surface treatment that presented the highest average adhesion strength, through the micro-shear test, was the conditioning with 10% Hydrofluoric Acid in all the ceramics analyzed. The blasting did not present a satisfactory adhesion resistance. It can be concluded that the resistance to micro-shear is influenced by each surface treatment employed and is dependent on each ceramic material.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	8
2. PROPOSIÇÃO.....	11
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	12
4. ARTIGO.....	24
5. CONCLUSÃO.....	65
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	66

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, a busca pelo natural na reposição do substrato dental perdido, aliada às crescentes demandas de pacientes e dentistas em termos de estética, biocompatibilidade e longevidade das restaurações têm contribuído para o desenvolvimento de vários sistemas cerâmicos (ELSAKA e ELNAGHY, 2016; BELLAN et al., 2017; RIQUIERI et al., 2018).

As cerâmicas odontológicas apresentam algumas propriedades como: alta resistência à compressão e abrasão, estabilidade química, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis, translucidez, fluorescência e coeficiente de expansão térmica próximo ao da estrutura dentária (CARVALHO et al., 2011; ANUSAVICE, 2012; RAMAKRISHNAIAH et al., 2016).

Os sistemas CAD/CAM (Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing) realizam a confecção padronizada de restaurações indiretas monolíticas, a partir da fresagem de blocos cerâmicos pré-fabricados homogêneos e compactos (STRASSER et al., 2018). Apresentam como uma de suas vantagens a versatilidade, como economia de tempo e eliminação de possíveis fontes de erros durante etapas laboratoriais intermediárias, além de um desempenho mecânico previsível, com estética satisfatória e adaptação marginal precisa. Podem ser confeccionadas coroas totais, onlays, inlays, overlays e laminados cerâmicos (WENDLER et al., 2017; MENDONÇA et al., 2018).

Dentre as cerâmicas, as que mais se destacam são as cerâmicas vítreas a base de dissilicato de lítio que ganharam enorme popularidade. Possuem cristais tipo agulha embutidos em uma matriz vítrea, conferindo ao material alta resistência à flexão e excelentes propriedades ópticas (opalescência e translucidez) (BELLAN et al., 2017). Entre as opções disponíveis no mercado atual, podemos citar o Sistema IPS E.max Press (Ivoclar Vivadent), que é confeccionado através da técnica da cera perdida, e o IPS E.max Cad (Ivoclar Vivadent), que é processado pela técnica de usinagem dos blocos (DENRY e HOLLOWAY, 2010; BELLAN et al., 2017).

Recentemente surgiram as cerâmicas de silicato de lítio reforçada com zircônia (ZLS): estas foram desenvolvidas para superar as propriedades mecânicas e obter materiais cerâmicos de desempenho ainda maior. Elas consistem em uma nova geração de cerâmicas, com uma tentativa de unir as propriedades de

resistência das cerâmicas policristalinas, como a zircônia, com a excelência estética das vitrocerâmicas em uma restauração monolítica (RAMOS et al., 2016; SATO et al., 2016; MONTEIRO et al., 2018; RIQUIERI et al., 2018).

Existem dois materiais cerâmicos ZLS disponíveis para aplicação em Odontologia Restauradora, o Suprinity (Vita Zahnfabrik – Bad Sackingen, Germany) e o Celtra DUO (Dentsply - Hanau Wolfgang, Alemanha) sendo ambos essencialmente compostos por duas fases cristalinas embutidas em uma matriz vítrea. Um das fases cristalinas consiste de cristais de metassilicato de lítio submicrométricas ( $\text{Li}_2\text{SO}_3$ ) em uma forma redonda e ligeiramente alongado, enquanto o outro é um ortofosfato de lítio ( $\text{Li}_3\text{PO}_4$ ), em uma forma redonda com tamanho nanométrico. Segundo Belli et al. (2017), uma das principais diferenças entre os dois materiais é o tamanho dos cristais de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SO}_3$  phase), que parece ter um tamanho maior no Celtra Duo (até 1  $\mu\text{m}$  de comprimento) do que no Suprinity ( $\sim 0.5 \mu\text{m}$ ) (MONTEIRO et al., 2018).

Quando comparada com a cerâmica de dissilicato de lítio (sem reforço de zircônia), a vitrocerâmica ZLS apresenta uma porcentagem menor do conteúdo de fase cristalina (40-50% em comparação com 70% de uma vitrocerâmica convencional de dissilicato de lítio). No entanto, cristais dentro de materiais ZLS são menores e a matriz vítrea é reforçada devido ao dióxido de zircônio altamente disperso ( $\pm 10\%$  em peso), o qual é assumido para aumentar a força da fase vítrea (MONTEIRO et al., 2018). Além disso, os materiais ZLS continuam a pertence à classe de cerâmicas ácido sensíveis, o que significa que sua superfície pode ser condicionada por ácido fluorídrico (SATO et al., 2016; RIQUIERI et al., 2018).

A adesão da cerâmica à estrutura dental pode ser realizada através de ligação mecânico-química entre o material restaurador, o substrato dental e o agente cimentante. Um aspecto importante necessário para o sucesso de tais restaurações é o estabelecimento da adesão adequada (TSUJIMOTO et al., 2017). Os cimentos resinosos auto-adesivos foram desenvolvidos para simplificar os procedimentos de cimentação e reduzir os passos clínicos, assim, a cimentação pode ser realizada em uma única etapa (BELLAN et al., 2017).

Para diferentes tipos de material, são sugeridos procedimentos específicos de pré-tratamento da superfície para melhorar o molhamento superficial e posterior adesão ao cimento resinoso. O tratamento mais comum para cerâmica vítrea é o condicionamento com ácido hidrófluorídrico, seguido pela aplicação de silano

(STRASSER et al., 2018). Enquanto o sistema ZLS não possui nenhum tratamento de superfície consolidado. Os tratamentos sugeridos são uma combinação de tratamento mecânico (jateamento) e químico (monômero de fósforo) ou a aplicação de revestimento de sílica combinada com o uso de silano, mas não possui nem um protocolo definido (STRASSER et al., 2018).

Esta nova classe de cerâmica vítrea, a base de silicato de lítio reforçado por dióxido de zircônio possui um questionamento sobre um protocolo de tratamento de superfície adequado, com uma longevidade satisfatória e resistência de união. Desta forma, o objetivo deste estudo será avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfícies na resistência de união de sistemas cerâmicos reforçados.

## 2 PROPOSIÇÃO

O objetivo desta pesquisa foi avaliar o efeito de diferentes tipos de tratamentos de superfície na resistência de união de cerâmicas vítreas reforçadas com dióxido de zircônio e cerâmica de dissilicato de lítio cimentadas com um cimento resinoso autocondicionante /autoadesivo, submetidos à termociclagem.

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 microcislhamento, são dependentes de cada material cerâmico;
3. A resistência ao microcislhamento é influenciada por cada tratamento de superfície empregado;
4. Os tratamentos de superfície não alteram a rugosidade superficial dos materiais e a resistência de união.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais Utilizados:

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na 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>
<b>Celtra DUO HT</b>	Silicato de lítio reforçado com dióxido de zircônio	Dentsply	18031266
<b>Vita Suprinity HT</b>	Silicato de lítio reforçado com dióxido de zircônio	VITA	40020
<b>IPS E.max CAD HT</b>	Dissilicato de Lítio	Ivoclar Vivadent	W04573
<b>Rely X Ceramic Primer</b>	Silano	3M ESPE	N822741
<b>Porcelain Etch 9%</b>	Ácido Hidrofluorídrico a 9%	Ultradent	18005525512
<b>Monobond etch and Prime</b>	Primer cerâmico	Ivoclar Vivadent	V50443
<b>Óxido de Alumínio – Bio-Art</b>	Pó de Óxido de Alumínio (50 µm)	Bio Art	52160
<b>Rely X U200</b>	Cimento resinoso autocondicionante/ autoadesivo	3M ESPE	660958

---

<b>Rocatec Soft</b>	Óxido de alumio 3M ESPE	1803100248
	revestido por sílica	

---

### 3.2 Preparação dos Materiais Restauradores:

Foram utilizados 30 blocos para fresagem em CAD/CAM dos materiais Celtra Duo (n=10) (Dentsply - Hanau Wolfgang, Alemanha), VITA Suprinity (n=10) (Vita Zahnfabrik – Bad Sackingen, Germany) e IPS E.max CAD (n=10) (Ivoclar Vivadent – Schaan Liechtenstein).

Inicialmente, com o objetivo de criar amostras para análises qualitativas dos materiais, dois blocos de cada cerâmica foram arredondados com lixas d'água de granulação #180 sob irrigação em politriz EcoMet® 250 Grinder Polisher (Buehler, Lake Buff – IL, EUA) formando cilindros. Para isso a própria haste metálica dos blocos foi utilizada como padronização do diâmetro das amostras, resultando em cilindros de 12 mm de diâmetro. Em seguida, cada um dos cilindros foram cortados em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 PrecisionSaw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) gerando vinte amostras com dimensões padrão de 12 x 1,2 mm de cada um dos materiais (n=60), seguindo a norma ISO 6872, (Figura 01). Os dois lados das amostras foram regularizados com lixas d'água de granulação #180, #600 e receberam acabamento com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil).



Figura 01 – Dimensões das pastilhas

Os outros 08 blocos de cada material foram selecionados para os testes quantitativos e foram cortados em cortadeira de precisão (Iso Met® 1000 Precision

Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) gerando 24 amostras de cada cerâmica (n=72) com dimensões de 15x15x2 mm, seguindo a norma ISO/ TS 11405. As pastilhas foram regularizadas com lixas d'água de granulação de #280, #400, #800 e #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil) (Figura 02).



Figura 02 – Amostras cerâmicas para serem incluídas

As amostras dos materiais IPS E.max CAD, VITA Suprinity e Celtra DUO foram cristalizadas segundo as normas de cada fabricante.

Após a cristalização, foram incluídas em resina acrílica (Clássico, São Paulo, Brasil), com a manutenção do lado polido da amostra livre para aplicação do cimento resinoso (Figura 03).



Figura 03 – Amostra incluída em resina acrílica

Deste modo, as amostras incluídas em resina acrílica apresentaram uma superfície livre para união, em seguida, os blocos foram limpos em ultrassom com água destilada por 10 minutos (Vitasonic II, Vita Zahnfabrik).

### 3.3 Delineamentos dos grupos:

As amostras de cada material (n=24) foram divididas em 4 grupos de acordo com os tratamentos executados na superfície, sendo eles: Ácido fluorídrico 10% e silano Relyx Ceramic primer; Jateamento com óxido de alumínio 50µm e silano Relyx Ceramic primer; Jateamento com Rocatec® 30µm e silano Relyx Ceramic primer; e aplicação de Monobond Etch & Prime. Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares. E outras três amostras extras sem tratamento de superfície (ST) forneceram subsídios para serem analisadas qualitativamente as características químicas e microscópicas das cerâmicas utilizadas (Figura 04).

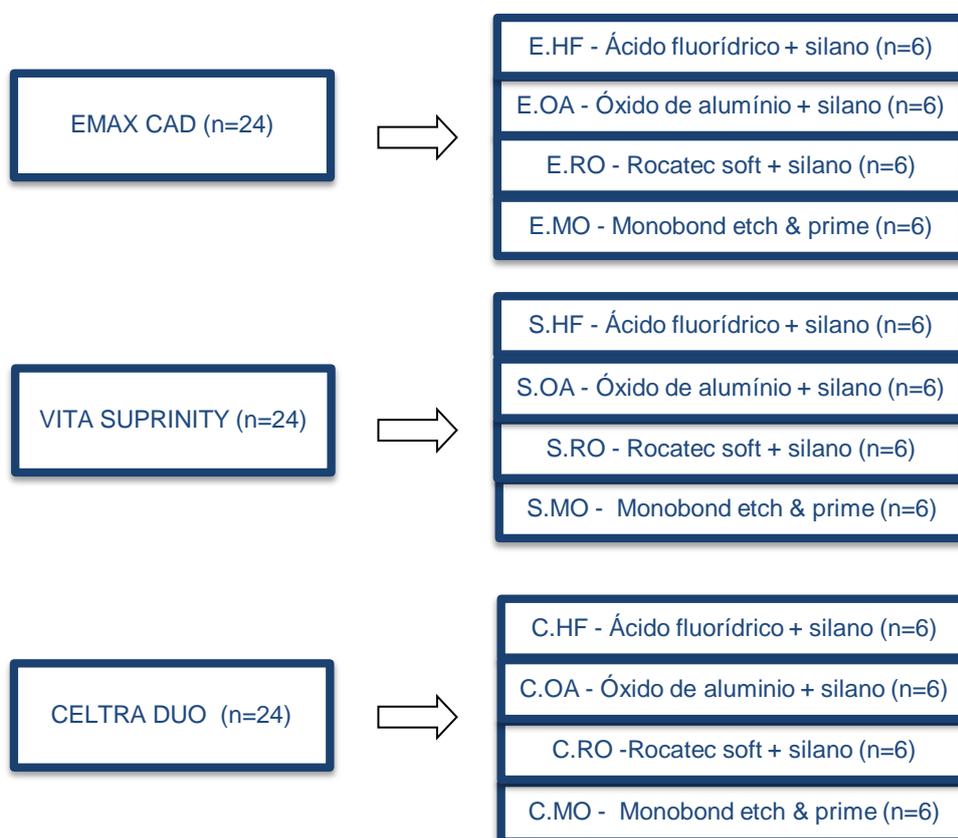


Figura 04 - Delineamento dos grupos

### 3.4 Tratamentos das superfícies:

Previamente aos tratamentos de superfície, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) em álcool

isopropílico (Farmácia de Homeopatia e Manipulação – Juiz de Fora – MG – Brasil) durante oito minutos.

#### **3.4.1 Grupos submetidos ao ácido hidrofúorídrico 10%:**

Nove amostras de cada material receberam aplicação de ácido hidrofúorídrico 10%, durante 20s e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento, conforme orientação do fabricante. Em seguida foi aplicado 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer com uso de Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

#### **3.4.2 Grupo submetido ao Monobond Etch and Prime:**

Nove amostras de cada material receberam aplicação de Monobond Etch and Prime durante 20s, foi aguardado um período de 40 segundos para o material agir e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento e secar. Pelas propriedades deste agente condicionante e recomendações do fabricante, não foi aplicado nenhum outro material.

#### **3.4.3 Grupos submetidos ao jateamento com óxido de alumínio:**

Nove amostras de cada material receberam jateamento com óxido de alumínio (50  $\mu\text{m}$ ) por 15s, a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida as amostras receberam jato de ar para remoção das partículas soltas e aplicação de silano Rely X Ceramic Primer com uso de Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

#### **3.4.4 Grupo submetido ao jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica:**

Nove amostras de cada material receberam jateamento com Rocotec® (30  $\mu\text{m}$ ) por 15s, a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida as amostras

receberam jato de ar para remoção das partículas soltas e aplicação de silano Rely X Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

Três amostras de cada cerâmica, não receberam nenhum tipo de tratamento de superfície, compondo o grupo controle para análises qualitativas.

### 3.5 Procedimentos de Cimentação:

Após o tratamento de superfície foram confeccionados 24 cilindros, com 3mm de diâmetro, de cimento resinoso sobre as superfícies cerâmicas de cada grupo.

Para confeccionarmos os cilindros de cimento resinoso utilizamos o Tygon cortados em altura média de 5mm e espessura interna de 3mm sobre a amostra. Para adaptação dos mesmos utilizamos cera 7 e gotejador elétrico (Figura 05).



Figura 05 – Amostra com os Tygons fixados para confecção dos cilindros

Após a fixação do tygon aplicamos o cimento resinoso Rely X U200 (3M ESPE - St. Paul, MN,USA) em sua parte interna e realizamos a fotoativação com o Fotopolimerizador VALO (Ultradent – South Jordan, UT, USA) por 40 segundos em cada amostra.

Depois da fotoativação em cada amostra e aguardado o tempo de 8 minutos, foi retirado delicadamente o tygon e a cera 7 com auxílio de lamina de bisturi, e em seguida, cada amostra foi fotoativada novamente (Figura 06)



Figura 06 – Cilindros de cimento resinoso sobre a superfície cerâmica

### 3.6 Termociclagem (TC):

Todas as amostras foram submetidas ao envelhecimento térmico por meio de uma Termocicladora (521-D – Ethik Technology/ Nova Ética – Vargem Grande Paulista - SP) com a realização de 10.000 ciclos alternados em água destilada a 55°C e 5°C por 30s cada, com intervalo de troca de 5s.

### 3.7 Teste de Resistência ao Microcislamento:

Após o envelhecimento, as amostras foram submetidas ao ensaio mecânico de microcislamento, em máquina de ensaios universal (EMIC, São José dos Pinhais), com auxílio de um dispositivo (fio de 0,4 mm), com velocidade de 1mm/s, utilizando célula de carga de 50KgF (Figura 07).

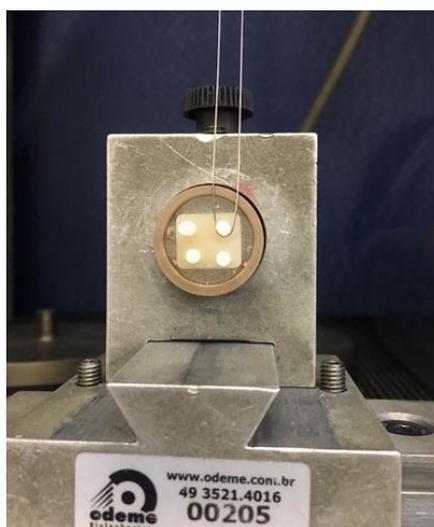


Figura 07 – Amostra sendo submetida ao Ensaio de Microcislamento

#### 3.7.1 Análise da Fratura:

Após o ensaio mecânico de microcislamento foi realizado a análise do padrão das fraturas, em todas as amostras, com auxílio de uma lupa estereoscópica (Carl Zeiss - Brasil) com aumento de quarenta vezes, determinando fraturas classificadas da seguinte forma (Figura 08):

- Fraturas Adesivas (A): rompimento da união à nível da cerâmica/ cimento resinoso.

- Fraturas Coesivas (C): fratura no cilindro de cimento resinoso ou no disco cerâmico.
- Fraturas Mistas (M): ocorrência de fraturas adesiva e coesiva na mesma amostra.

TIPOS DE FRATURA		
<b>ADESIVA</b>	→	
<b>COESIVA</b>	→	
<b>MISTA</b>	→	

Figura 08 – Classificação dos tipos de fratura após o teste de microcisalhamento

### 3.8 Análises complementares:

Para caracterização superficial e cristalográfica, foram realizadas análises complementares. As amostras analisadas não foram submetidas à ciclagem térmica.

#### 3.8.1 Perfilometria:

As amostras foram utilizadas para avaliação da morfologia superficial, através do perfilômetro óptico digital (Wyko, NT 1100, Veeco - Tucson, USA), conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco – Tucson, USA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial (Figura 09).



Figura 09 – Perfilômetro óptico digital (LAS-INPE)

### 3.8.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):

Para a análise visual da superfície microscópica das amostras antes e após os tratamentos de superfície, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV-FEG) TESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) em alto vácuo com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, com aumentos de 100, 500, 2.000, 5000 e 10.000x, (Figura 10).



Figura 10 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV-FEG) (LAS-INPE)

Para isto as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. – Guarulhos, São Paulo, Brasil) durante oito minutos, seguida de limpeza com acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP – Taquaritinga, São Paulo, Brasil) pelo mesmo tempo. As amostras foram secas por papel absorvente e em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (*stub*) específica do equipamento, com auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono para então serem metalizadas em metalizadora Desk II (Denton Vacuum – Moorestown – NJ, USA), recebendo uma camada de 12 nm de liga de ouro para conseguinte realização da microscopia, (Figura 11).



Figura 11 – Metalizadora (LAS-INPE)

### 3.8.3 Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS):

Esta técnica foi utilizada para análise dos elementos químicos presentes nos materiais. Baseia-se 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 desta 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 MEVTESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) e utilizando o sistema EDS X Max N (Oxford Instruments – United Kingdom), (Figura 12). 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) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.



Figura 12 – Espectrômetro por Energia Dispersiva de Raios X (EDS) acoplado ao MEV (LAS-INPE)

### 3.9 Análises estatísticas:

Os valores numéricos obtidos da perfilometria óptica foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) por meio do Teste de Kruskal - Wallis e teste de comparações múltiplas de Dunn a fim de se comparar as diferenças estatísticas entre os grupos.

Os valores numéricos obtidos por meio do teste de microcisalhamento foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e ao modelo estatístico de comparação entre grupos (Unpaired t-test) a fim de avaliar a influência a resistência de união ao microcisalhamento. As análises estatísticas foram obtidas por meio dos softwares MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, Graph Pad, 2012).

Valores de probabilidade ( $p$ )  $< 0,05$  foram considerados como estatisticamente significativo.

## ARTIGO CIENTÍFICO

### 1 INTRODUÇÃO

Recentemente surgiram as cerâmicas de silicato de lítio reforçada com zircônia (ZLS): estas foram desenvolvidas para superar as propriedades mecânicas e obter materiais cerâmicos de desempenho ainda maior. Elas consistem em uma nova geração de cerâmicas, com uma tentativa de unir as propriedades de resistência das cerâmicas policristalinas, como a zircônia, com a excelência estética das vitrocerâmicas em uma restauração monolítica (RAMOS et al., 2016; SATO et al., 2016; MONTEIRO et al., 2018; RIQUEIRI et al., 2018).

Existem dois materiais cerâmicos ZLS disponíveis para aplicação em Odontologia Restauradora, o Suprinity (Vita Zahnfabrik – Bad Sackingen, Germany) e o Celtra DUO (Dentsply - Hanau Wolfgang, Alemanha) sendo ambos essencialmente compostos por duas fases cristalinas embutidas em uma matriz vítrea. Uma das fases cristalinas consiste de cristais de metassilicato de lítio submicrométricas ( $\text{Li}_2\text{SO}_3$ ) em uma forma redonda e ligeiramente alongado, enquanto o outro é um ortofosfato de lítio ( $\text{Li}_3\text{PO}_4$ ), em uma forma redonda com tamanho nanométrico. Segundo Belli et al. 2017, uma das principais diferenças entre os dois materiais é o tamanho dos cristais de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SO}_3$  phase), que parece ter um tamanho maior no Celtra Duo (até 1  $\mu\text{m}$  de comprimento) do que no Suprinity ( $\sim 0.5 \mu\text{m}$ ) (MONTEIRO et al., 2018).

Quando comparada com a cerâmica convencional de dissilicato de lítio (sem reforço de zircônia), a vitrocerâmica ZLS apresenta uma porcentagem menor do conteúdo de fase cristalina (40-50% em comparação com 70% de uma vitrocerâmica convencional de dissilicato de lítio). No entanto, cristais dentro de materiais ZLS são menores e a matriz vítrea é reforçada devido ao dióxido de zircônio altamente disperso ( $\pm 10\%$  em peso), o qual é assumido para aumentar a força da fase vítrea (MONTEIRO et al., 2018). Além disso, os materiais ZLS continuam a pertencer à classe de cerâmicas ácido sensíveis, o que significa que sua superfície pode ser condicionada por ácido fluorídrico (SATO et al., 2016; RIQUEIRI et al., 2018).

A adesão da cerâmica à estrutura dental pode ser realizada através de ligação mecânico-química entre o material restaurador, o substrato dental e o agente cimentante. Um aspecto importante necessário para o sucesso de tais restaurações

é o estabelecimento da adesão adequada (TSUJIMOTO et al., 2017). Os cimentos resinosos auto-adesivos foram desenvolvidos para simplificar os procedimentos de cimentação e reduzir os passos clínicos, assim, a cimentação pode ser realizada em uma única etapa (BELLAN et al., 2017).

Para diferentes tipos de material, são sugeridos procedimentos específicos de pré-tratamento da superfície para melhorar o molhamento superficial e posterior adesão ao cimento resinoso. O tratamento mais comum para cerâmica vítrea é o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, seguido pela aplicação de silano (STRASSER et al., 2018). Enquanto o sistema ZLS não possui nenhum tratamento de superfície consagrado. Os tratamentos sugeridos são uma combinação de tratamento mecânico (jateamento) e químico (monômero de fósforo) ou a aplicação de revestimento de sílica combinada com o uso de silano, mas não possui nem um protocolo definido (STRASSER et al., 2018).

Muitos testes têm sido empregados para avaliar a resistência de união em ensaios de adesão, como o microcissalhamento.

Esta nova classe de cerâmica vítrea, a base de silicato de lítio reforçado por dióxido de zircônio possui um questionamento sobre um protocolo de tratamento de superfície adequado, com uma longevidade satisfatória e resistência ao microcissalhamento. Desta forma, o objetivo deste estudo será avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfícies na resistência ao microcissalhamento de sistemas cerâmicos reforçados.

## 2 PROPOSIÇÃO

O objetivo desta pesquisa foi avaliar o efeito de diferentes tipos de tratamentos de superfície na resistência de união ao microcisalhamento de cerâmicas vítreas reforçadas com dióxido de zircônio e cerâmica de dissilicato de lítio cimentadas com um cimento resinoso autocondicionante/autoadesivo, submetidos à termociclagem.

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 microcisalhamento, são dependentes de cada material cerâmico;
3. A resistência ao microcisalhamento é influenciada por cada tratamento de superfície empregado;
4. Os tratamentos de superfície não alteram a rugosidade superficial dos materiais e a resistência de união.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais Utilizados:

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na 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>
<b>Celtra DUO HT</b>	Silicato de lítio reforçado com dióxido de zircônio	Dentsply	18031266
<b>Vita Suprinity HT</b>	Silicato de lítio reforçado com dióxido de zircônio	VITA	40020
<b>IPS E.max CAD HT</b>	Dissilicato de Lítio	Ivoclar Vivadent	W04573
<b>Rely X Ceramic Primer</b>	Silano	3M ESPE	N822741
<b>Porcelain Etch 9%</b>	Ácido Hidrofluorídrico a 9%	Ultradent	18005525512
<b>Monobond etch and Prime</b>	Primer cerâmico	Ivoclar Vivadent	V50443
<b>Óxido de Alumínio – Bio-Art</b>	Pó de Óxido de Alumínio (50nm)	Bio Art	52160
<b>Rely X U200</b>	Cimento resinoso autocondicionante/ autoadesivo	3M ESPE	660958

---

<b>Rocatec Soft</b>	Óxido de alumio 3M ESPE	1803100248
	revestido por sílica	

---

### **3.2 Preparação dos Materiais Restauradores:**

Foram utilizados 30 blocos para fresagem em CAD/CAM dos materiais Celtra Duo (n=10) (Dentsply - Hanau Wolfgang, Alemanha), VITA Suprinity (n=10) (Vita Zahnfabrik – Bad Sackingen, Germany) e IPS E.max CAD (n=10) (Ivoclar Vivadent – Schaan Liechtenstein).

Inicialmente, com o objetivo de criar amostras para análises qualitativas dos materiais, dois blocos de cada cerâmica foram arredondados com lixas d'água de granulação #180 sob irrigação em politriz Eco Met® 250 Grinder Polisher (Buehler, Lake Buff – IL, EUA) formando cilindros. Para isso a própria haste metálica dos blocos foi utilizada como padronização do diâmetro das amostras, resultando em cilindros de 12 mm de diâmetro. Em seguida, cada um dos cilindros foram cortados em cortadeira de precisão (Isso Met® 1000 PrecisionSaw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) gerando vinte amostras com dimensões padrão de 12 x 1,2 mm de cada um dos materiais (n=60), seguindo a norma ISO 6872. Os dois lados das amostras foram regularizados com lixas d'água de granulação #180, #600 e receberam acabamento com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil).

Os outros 08 blocos de cada material foram selecionados para os testes quantitativos e foram cortados em cortadeira de precisão (Isso Met® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) gerando 24 amostras de cada cerâmica (n=72) com dimensões de 15x15x2 mm, seguindo a norma ISO/ TS 11405. As pastilhas foram regularizadas com lixas d'água de granulação de #280, #400, #800 e #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil).

As amostras dos materiais IPS E.max CAD, VITA Suprinity e Celtra DUO foram cristalizadas segundo as normas de cada fabricante.

Após a cristalização, foram incluídas em resina acrílica (Clássico, São Paulo, Brasil), com a manutenção do lado polido da amostra livre para aplicação do cimento resinoso.

Deste modo, as amostras incluídas em resina acrílica apresentaram uma superfície livre para união, em seguida, os blocos foram limpos em ultrassom com água destilada por 10 minutos (Vitasonic II, Vita Zanhfabrik).

### 3.3 Delineamentos dos grupos:

As amostras de cada material (n=24) foram divididas em 4 grupos de acordo com os tratamentos executados na superfície, sendo eles: Ácido fluorídrico 10% e silano Relyx Ceramic primer; Jateamento com óxido de alumínio 50µm e silano Relyx Ceramic primer; Jateamento com Rocatec® 30µm e silano Relyx Ceramic primer; e aplicação de Monobond Etch & Prime. Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares. E outras três amostras extras sem tratamento de superfície (ST) forneceram subsídios para serem analisadas qualitativamente as características químicas e microscópicas das cerâmicas utilizadas (Figura 01).

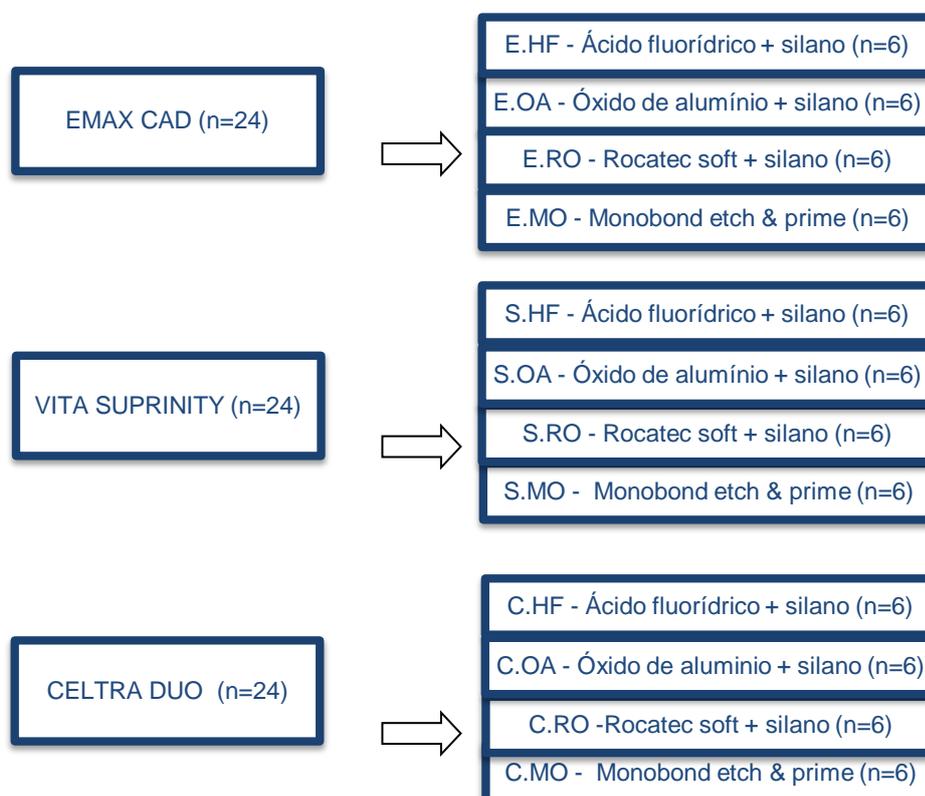


Figura 01 - Delineamento dos grupos

### **3.4 Tratamentos das superfícies:**

Previamente aos tratamentos de superfície, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) em álcool isopropílico (Farmácia de Homeopatia e Manipulação – Juiz de Fora – MG – Brasil) durante oito minutos.

#### **3.4.1 Grupos submetidos ao ácido hidrófluorídrico 10%:**

Nove amostras de cada material receberam aplicação de ácido hidrófluorídrico 10%, durante 20s e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento, conforme orientação do fabricante. Em seguida foi aplicado 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer com uso de Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

#### **3.4.2 Grupo submetido ao Monobond Etch and Prime:**

Nove amostras de cada material receberam aplicação de Monobond Etch and Prime durante 20s, foi aguardado um período de 40 segundos por fricção para o material agir e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento e secar. Pelas propriedades deste agente condicionante e recomendações do fabricante, não foi aplicado nenhum outro material.

#### **3.4.3 Grupos submetidos ao jateamento com óxido de alumínio:**

Nove amostras de cada material receberam jateamento com óxido de alumínio (50  $\mu\text{m}$ ) por 15s, a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida as amostras receberam jato de ar para remoção das partículas soltas e aplicação de silano RelyX Ceramic Primer com uso de Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

#### **3.4.4 Grupo submetido ao jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica:**

Nove amostras de cada material receberam jateamento com Rocatec® (30 µm) por 15s, a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida as amostras receberam jato de ar para remoção das partículas soltas e aplicação de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

Três amostras de cada cerâmica, não receberam nenhum tipo de tratamento de superfície, compondo o grupo controle para análises qualitativas.

#### **3.5 Procedimentos de Cimentação:**

Após o tratamento de superfície foram confeccionados 24 cilindros, com 3mm de diâmetro, de cimento resinoso sobre as superfícies cerâmicas de cada grupo.

Para confeccionarmos os cilindros de cimento resinoso utilizamos o Tygon cortados em altura média de 5mm e espessura interna de 3mm sobre a amostra. Para adaptação dos mesmos utilizamos cera 7 e gotejador elétrico.

Após a fixação do tygon aplicamos o cimento resinoso Rely X U200 (3M ESPE - St. Paul, MN, USA) em sua parte interna, com auxílio de uma seringa centrix, para evitar a formação de bolhas e realizamos a fotoativação com o Fotopolimerizador VALO (Ultradent – South Jordan, UT, USA) por 40 segundos em cada amostra.

Depois da fotoativação em cada amostra e aguardamos o tempo de 08 a 10 minutos, para retirar delicadamente o tygon e a cera 7 com auxílio de lamina de bisturi, e em seguida, cada amostra foi fotoativada novamente.

#### **3.6 Termociclagem (TC):**

Todas as amostras foram submetidas ao envelhecimento térmico por meio de uma Termocicladora (521-D – Ethik Technology/ Nova Ética – Vargem Grande Paulista

- SP) com a realização de 10.000 ciclos alternados em água destilada a 55°C e 5°C por 30s cada, com intervalo de troca de 5s.

### **3.7 Teste de Resistência ao Microcisalhamento:**

Após o envelhecimento, as amostras foram submetidas ao ensaio mecânico de microcisalhamento, em máquina de ensaios universal (EMIC, São José dos Pinhais), com auxílio de um dispositivo (fio de 0,4 mm), com velocidade de 1mm/s, utilizando célula de carga de 50KgF.

#### **3.7.1 Análise da Fratura:**

Após o ensaio mecânico de microcisalhamento foi realizado a análise do padrão das fraturas, em todas as amostras, com auxílio de uma lupa estereoscópica (Carl Zeiss - Brasil) com aumento de quarenta vezes, determinando fraturas classificadas da seguinte forma:

- Fraturas Adesivas (A): rompimento da união à nível da cerâmica/ cimento resinoso.
- Fraturas Coesivas (C): fratura no cilindro de cimento resinoso ou no disco cerâmico.
- Fraturas Mistas (M): ocorrência de fraturas adesiva e coesiva na mesma amostra.

### **3.8 Análises complementares:**

Para caracterização superficial e cristalográfica, foram realizadas análises complementares. As amostras analisadas não foram submetidas à ciclagem térmica.

#### **3.8.1 Perfilometria:**

As amostras foram utilizadas para avaliação da morfologia superficial, através do perfilômetro óptico digital (Wyko, NT 1100, Veeco - Tucson, USA), conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco – Tucson, USA) para realização

de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial.

### **3.8.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):**

Para a análise visual da superfície microscópica das amostras antes e após os tratamentos de superfície, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV-FEG) TESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) em alto vácuo com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, com aumentos de 100, 500, 2.000, 5000 e 10.000x.

Para isto as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. – Guarulhos, São Paulo, Brasil) durante oito minutos, seguida de limpeza com acetona60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP – Taquaritinga, São Paulo, Brasil) pelo mesmo tempo. As amostras foram secas por papel absorvente e em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (*stub*) específica do equipamento, com auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono para então serem metalizadas em metalizadora Desk II (Denton Vacuum – Moorestown – NJ, USA), recebendo uma camada de 12 nm de liga de ouro para conseguinte realização da microscopia.

### **3.8.3 Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS):**

Esta técnica foi utilizada para análise dos elementos químicos presentes nos materiais. Baseia-se 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 desta 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 (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) e utilizando o sistema EDS XMaxN (Oxford Instruments – United Kingdom). 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) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

### **3.9 Análises estatísticas:**

Os valores numéricos obtidos da perfilometria óptica foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) por meio do Teste de Kruskal - Wallis e teste de comparações múltiplas de Dunn a fim de se comparar as diferenças estatísticas entre os grupos.

Os valores numéricos obtidos por meio do teste de microcisalhamento foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e ao modelo estatístico de comparação entre grupos (Unpaired t-test) a fim de avaliar a influência a resistência de união ao microcisalhamento. As análises estatísticas foram obtidas por meio dos softwares MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, Graph Pad, 2012).

Valores de probabilidade ( $p$ ) < 0,05 foram considerados como estatisticamente significativo.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 Perfilometria

Foi realizada uma estatística descritiva dos resultados da Perfilometria para avaliar cada tratamento de superfície (Ácido Hidrofluorídrico, Monobond Etch & Prime, Óxido de Alumínio e Rocatec) sobre a superfície de cada material (E.max, Celtra Duo e Suprinity), os resultados estão apresentados nas tabelas e imagens seguintes, (tabelas 02 a 05) (Figuras 02 a 16).

Tabela 02 - Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material E.max (nm)

	<b>Emax ST</b>	<b>Emax HF</b>	<b>Emax MO</b>	<b>Emax OA</b>	<b>Emax RO</b>
<b>Número de Valores</b>	12	36	36	36	36
<b>Mínimo</b>	250,6	522,8	227,2	1200	882,6
<b>Máximo</b>	392,4	676,8	579,7	1690	1080
<b>Média</b>	<b>291,30</b>	<b>639,80</b>	<b>437,60</b>	<b>1471,00</b>	<b>994,70</b>
<b>Desvio Padrão</b>	34,61	28,29	71,72	123,8	38,69

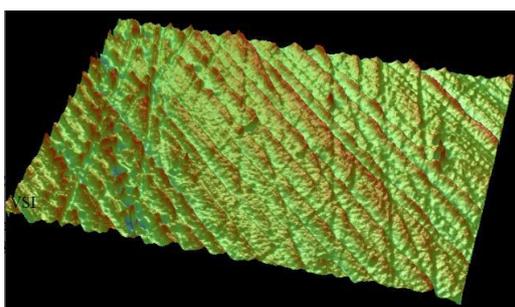


Figura 02 – Perfilometria 3D do grupo E. ST

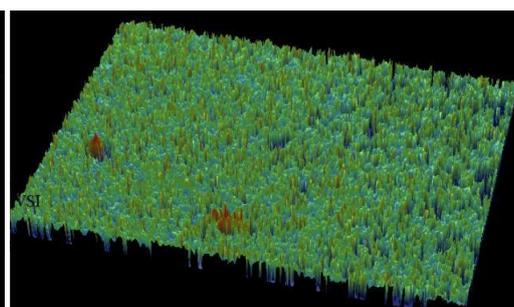


Figura 03 – Perfilometria 3D do grupo E.HF

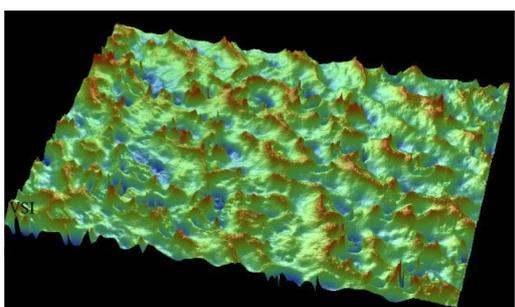


Figura 04 – Perfilometria 3D do grupo E.MO

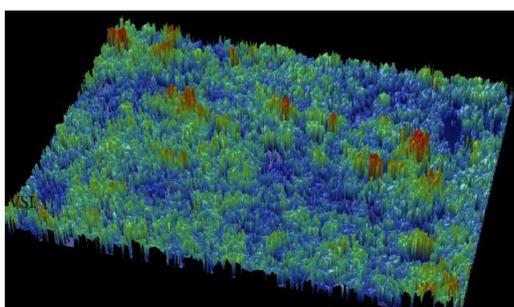


Figura 05 – Perfilometria 3D do grupo E.OA

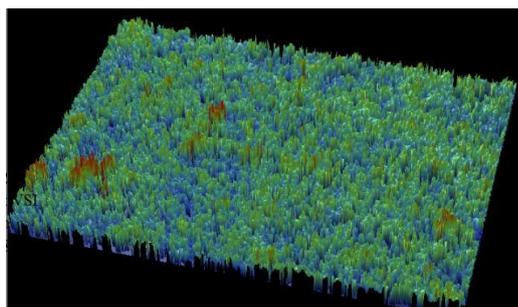


Figura 06 – Perfilometria 3D do grupo E.RO

Tabela 03 - Resultados da estatística descritiva de Perfilometria do material Celtra Duo (nm)

	<b>Celtra ST</b>	<b>Celtra HF</b>	<b>Celtra MO</b>	<b>Celtra OA</b>	<b>Celtra RO</b>
<b>Número de Valores</b>	12	36	36	36	36
<b>Mínimo</b>	121,38	1220	312,47	1710	1100
<b>Máximo</b>	180,82	1470	613,52	1920	1190
<b>Média</b>	<b>150,90</b>	<b>1324</b>	<b>385,50</b>	<b>1808</b>	<b>1150</b>
<b>Desvio Padrão</b>	16,21	63,03	63,95	62,9	34,39

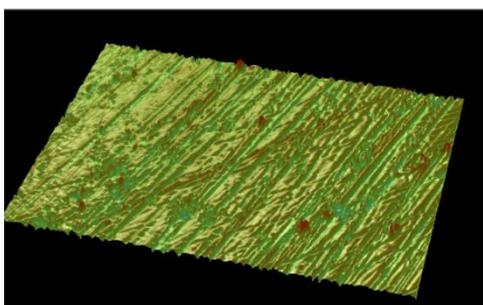


Figura 07 – Perfilometria 3D do grupo C.ST

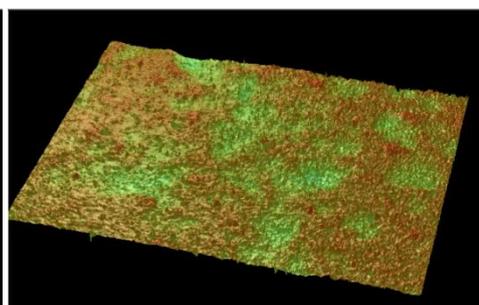


Figura 08 – Perfilometria 3D do grupo C.HF

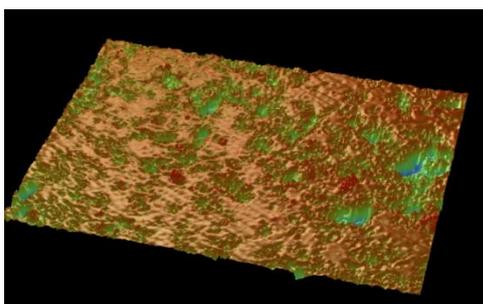


Figura 09 – Perfilometria 3D do grupo C. MO

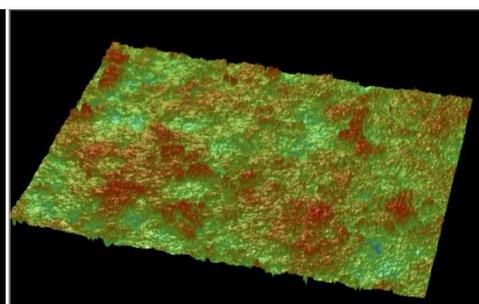


Figura 10 – Perfilometria 3D do grupo C.OA

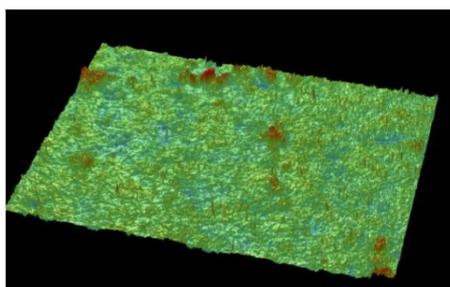


Figura 11 – Perfilometria 3D do grupo C.RO

Tabela 04 - Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material Suprinity (nm)

	<b>Suprinity ST</b>	<b>Suprinity HF</b>	<b>Suprinity MO</b>	<b>Suprinity OA</b>	<b>Suprinity RO</b>
<b>Número de valores</b>	12	36	36	36	36
<b>Mínimo</b>	209,7	982,9	140,77	424,35	912,17
<b>Máximo</b>	276,49	1270	186,04	568,5	1100
<b>Média</b>	<b>237,40</b>	<b>1095</b>	<b>272,6</b>	<b>498,30</b>	<b>1022</b>
<b>Desvio Padrão</b>	<b>28,32</b>	<b>90,22</b>	<b>34,94</b>	<b>31,50</b>	<b>41,95</b>

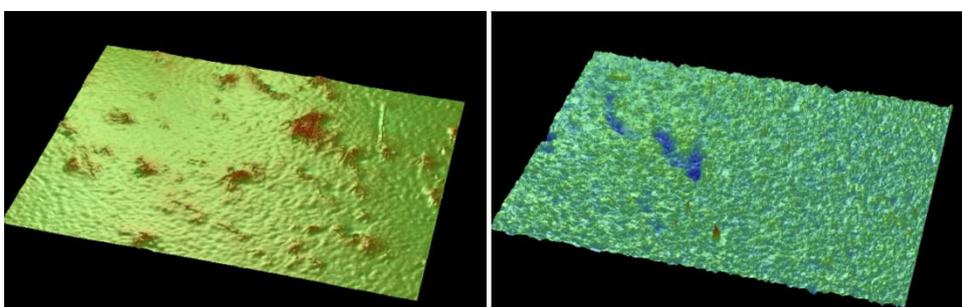


Figura 12 – Perfilometria 3D do grupo S. ST Figura 13 – Perfilometria 3D do grupo S.HF

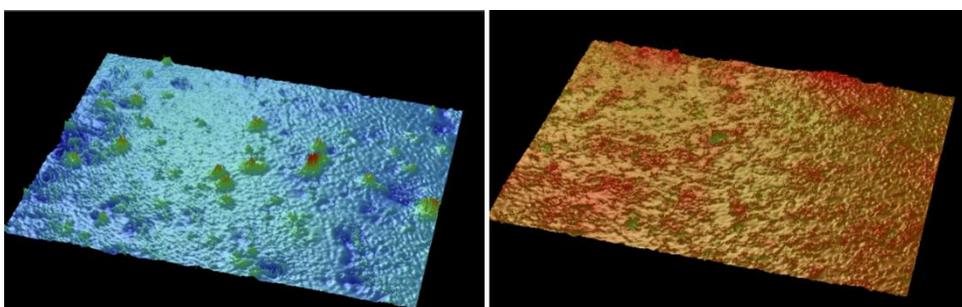


Figura 14 – Perfilometria 3D do grupo S. MO Figura 15 – Perfilometria 3D do grupo S.OA

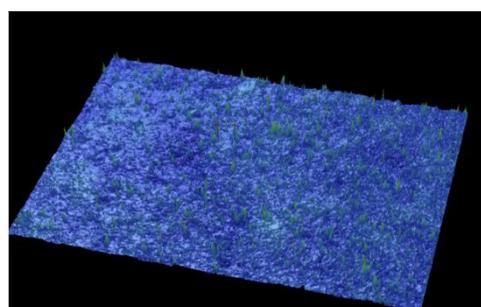


Figura 16 – Perfilometria 3D do grupo S.RO

Para avaliar a influência do tratamento de superfície nos diferentes materiais na perfilometria, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao Teste de Kruskal - Wallis. Após identificar diferenças entre os grupos, os mesmos foram

submetidos ao teste de comparações múltiplas de Dunn para identificar onde houve diferença estatística.

Em relação à comparação entre diferentes tratamentos de superfície para um mesmo material cerâmico, o teste de Dunn mostrou que todos os tratamentos apresentaram diferença estatística em todas as 3 cerâmicas.

Tabela 05 - Resultados do teste Dunn, para os valores de Perfilometria, quando realizada a Comparação entre tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica

\*Diferentes letras maiúsculas revelam diferença estatística (Dunn) entre os tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica.

Tratamento de superfície	E.max		Celtra		Suprinity	
	Média	*	Média	*	Média	*
ST	291,3	A	150,9	A	237,4	A
HF	639,8	B	1324	B	1095	B
MO	437,6	C	385,5	C	272,6	C
OA	1471	D	1808	D	498,3	D
RO	994,7	E	1150	E	1022	E

#### 4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):

As imagens em MEV-VEG referentes as amostras de E.max, Celtra e Suprinity sem tratamento de superfície (Figura 17) apresentam uma superfície homogênea com ranhuras devido ao processo de confecção dos discos. Essas deformações do processo de lixamento estão mais evidenciadas no grupo E.max.

Nas imagens em que as amostras receberam o tratamento de superfície com Ácido Hidrofluorídrico mais silano (Figura 18), é possível verificar um aumento no grau de dissolução desses materiais, levando a um aumento da rugosidade superficial. Nas amostras de Suprinity e Celtra foi mais evidente.

Os grupos que receberam o jateamento de Óxido de Alumínio (Figura 19) e Rocatec (Figura 20) apresentam uma imagem similar devido à deposição do óxido de alumínio 50 $\mu$ m e Rocatec 30 $\mu$ m (Óxido de alumínio revestido por sílica) por toda a superfície, gerando um aumento na rugosidade superficial, em virtude também da ação das partículas jateadas sob pressão.

As imagens das amostras que receberam Monobond como tratamento de superfície (Figura 21) apresentaram ranhuras não muito evidentes, demonstrando que esse tratamento provoca pouco aumento de rugosidade superficial.

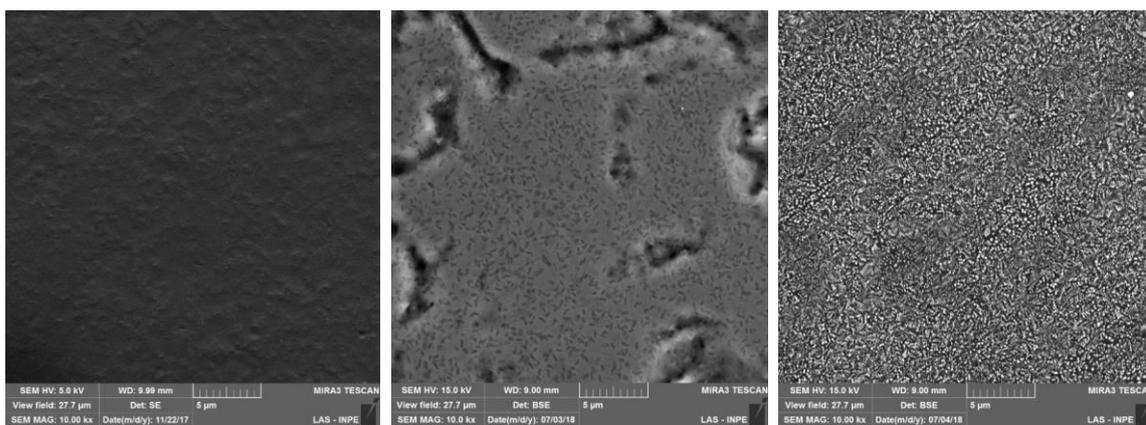


Figura 17– MEV E-max, Celtra e Suprinity sem tratamento de superfície 10.00kx, respectivamente.

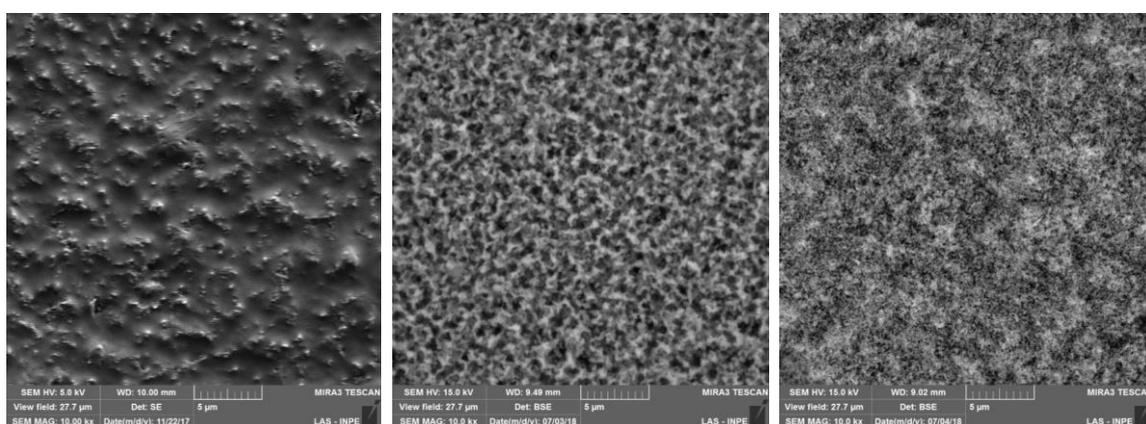


Figura 18–MEV E-max, Celtra e Suprinity submetido ao HF 10% 10.00kx, respectivamente.

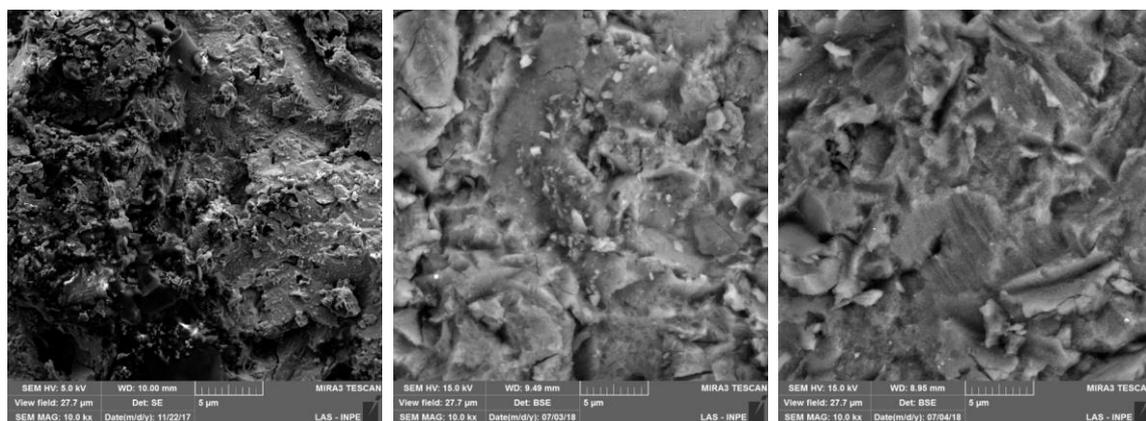


Figura 19 – MEV E-max, Celtra e Suprinity submetido ao jateamento com óxido de alumínio 10.00kx, respectivamente.

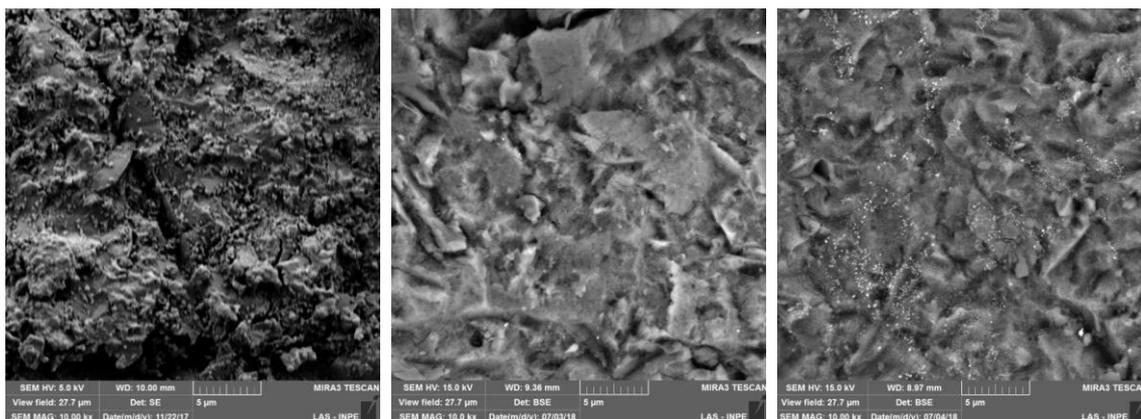


Figura 20 – MEV E-max, Celtra e Suprinity submetido ao jateamento com Rocatec 10.00kx, respectivamente.

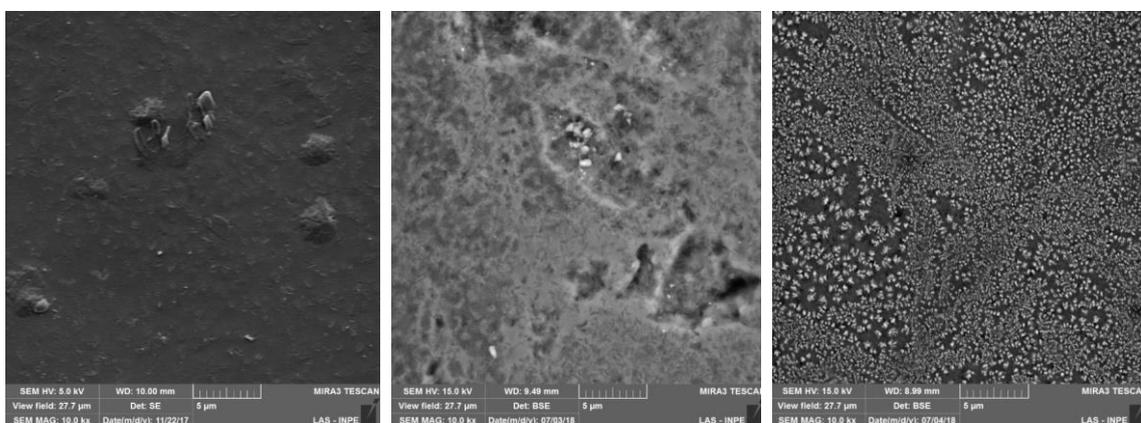


Figura 21 – MEV Celtra e Suprinity E-max submetido ao monobond, 100x e 10.00kx, respectivamente.

#### 4.3 Análise EDS

A análise EDS apresentou o gráfico da composição química de cada amostra. Pode-se notar que Suprinity e Celtra apresentam o elemento Zircônia em sua composição, enquanto o E.max não.

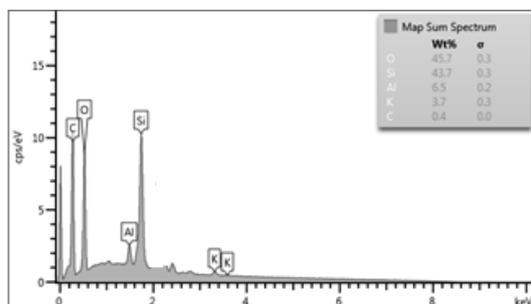


Gráfico 01 - E-max sem tratamento de superfície

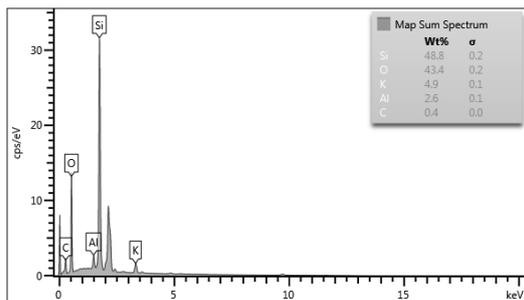


Gráfico 02 – E-max submetido ao HF 10%

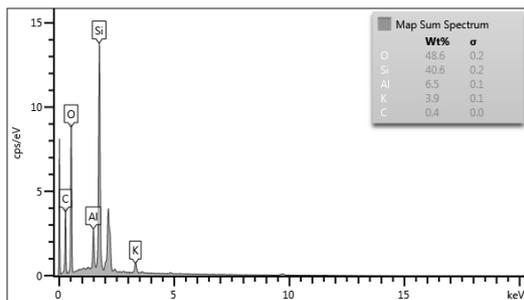


Gráfico 03 – E-max submetido ao jateamento com óxido de alumínio

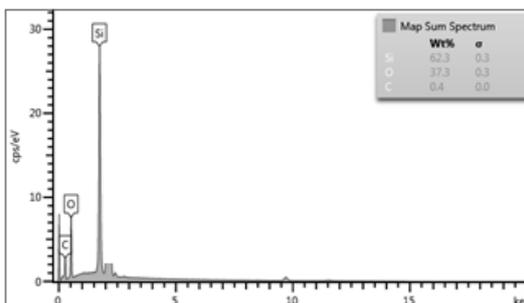


Gráfico 04 – E-max submetido ao jateamento com Rocatex

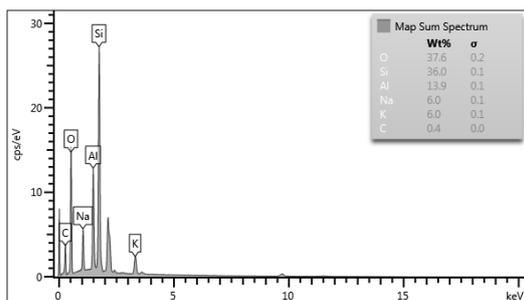


Gráfico 05 – E-max submetido ao monobond

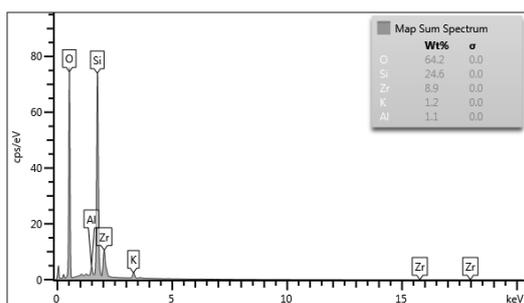


Gráfico 06 – Celtra sem tratamento de superfície

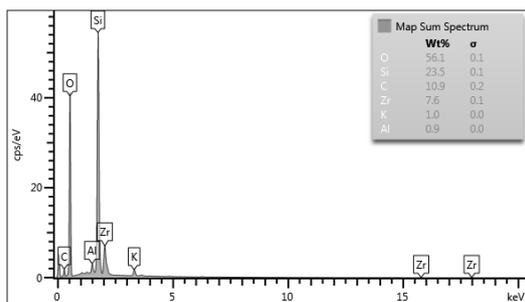


Gráfico 07 – Celtra submetido ao HF 10%

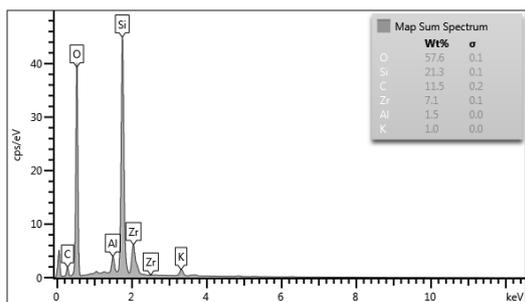


Gráfico 08 – Celtra submetido ao jateamento com óxido de alumínio

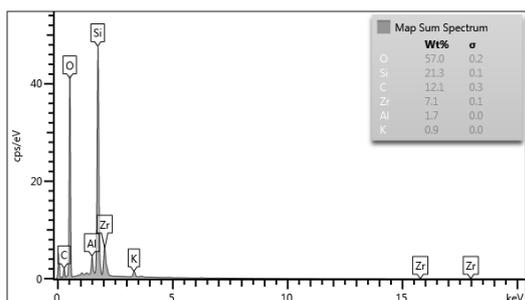


Gráfico 09 – Celtra submetido ao jateamento com Rocatec

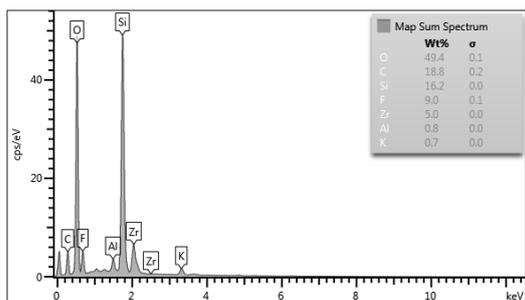


Gráfico 10 – Celtra submetido ao monobond

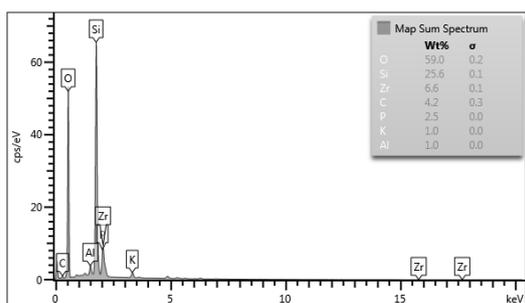


Gráfico 11 – Suprinity sem tratamento de superfície

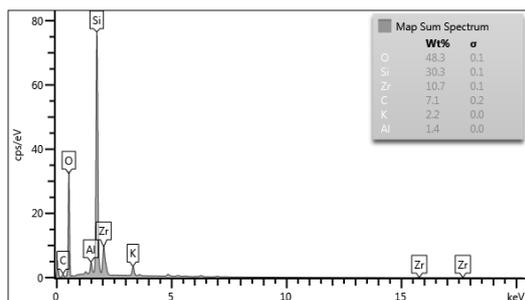


Gráfico 12 – Suprinity submetido ao HF 10%

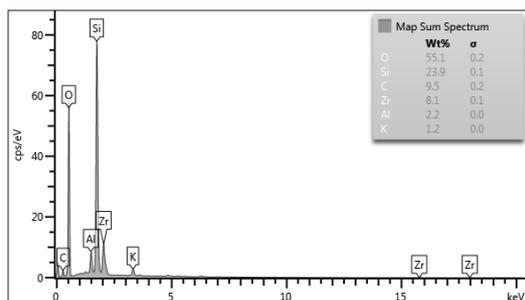


Gráfico 13 – Suprinity submetido ao jateamento com óxido de alumínio

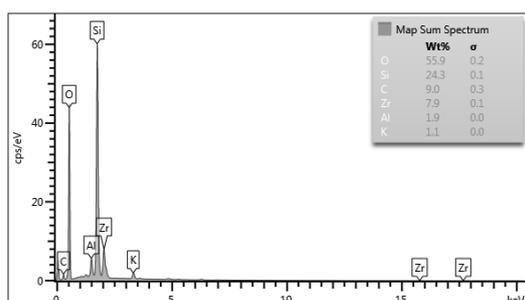


Gráfico 14 – Suprinity submetido ao jateamento com Rocatec

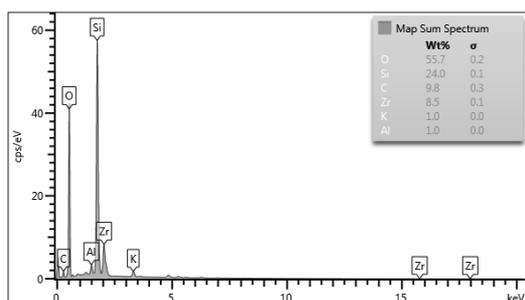


Gráfico 15 – Suprinity submetido ao monobond

#### 4.4 Ensaio de Microcislhamento

O ensaio mecânico de microcislhamento apresentou os seguintes resultados na comparação entre os tratamentos de superfície das cerâmicas Emax, celtra e suprinity, respectivamente (Tabelas 06 a 08). Em ambas as cerâmicas essa comparação foi estatisticamente significativa com  $p$  no valor  $< 0,0001$ .

Tabela 06 - Comparação entre os tratamentos de superfície da cerâmica Emax

<b>EMAX</b>				
	Média	Desvio padrão	Teste Tukey	Coefficiente de variação
<b>HF</b>	26,45	4,927	b	18,63%
<b>OA</b>	6,394	2,7	a	42,22%
<b>RO</b>	9,072	2,042	a	22,51%
<b>MO</b>	10,52	5,884	a	55,94%

Tabela 07 - Comparação entre os tratamentos de superfície da cerâmica Celtra

<b>CELTRA</b>				
	Média	Desvio Padrão	Teste Tukey	Coefficiente de variação
<b>HF</b>	22,85	2,781	c	12,17%
<b>OA</b>	8,271	3,303	a	39,93%
<b>RO</b>	5,193	2,302	a	44,33%
<b>MO</b>	19,61	4,876	b	24,87%

Tabela 08 - Comparação entre os tratamentos de superfície da cerâmica Suprinity

<b>SUPRINITY</b>				
	Média	Desvio Padrão	Teste Tukey	Coefficiente de variação
<b>HF</b>	22,8	3,545	c	15,54%
<b>OA</b>	9,628	3,587	a	37,26%
<b>RO</b>	7,658	3,104	a	40,54%
<b>MO</b>	19,41	2,946	b	15,18%

A tabela 09 apresenta a comparação entre as três cerâmicas, por cada tratamento de superfície submetido.

Tabela 09 - Comparação entre as cerâmicas, por tratamento de superfície

<b>Cerâmica</b>	<b>HF</b>		<b>OA</b>		<b>RO</b>		<b>MO</b>	
	Mean	Tukeytest	Mean	Tukeytest	Mean	Tukeytest	Mean	Tukeytest
<b>EMAX</b>	26,45 ± 4,92	a	6,39 ± 2,7	a	9,07 ± 2,04	A	10,52 ± 5,88	a

<b>CELTRA</b>	22,85 ± 2,78	b	8,27 ± 3,30	ab	5,19 ± 2,30	b	19,61 ± 4,87	b
<b>SUPRINIT</b>	22,8 ± 3,54	b	9,62 ± 3,58	b	7,65 ± 3,10	a	19,41 ± 2,94	b

#### 4.5 Análise de Fraturas

Com auxílio de uma lupa estereoscópica (Carl Zeiss - Brasil) com aumento de quarenta vezes, analisamos e classificamos o padrão de fratura após o ensaio mecânico.

Tabela 10 - Análise do padrão de fratura das amostras ensaiadas

	<b>E.max</b>	<b>Suprinity</b>	<b>Celtra</b>
<b>HF</b>	100% Adesiva	12,5% Adesiva/ 87,5% Mista	12,5% Adesiva / 87,5% Mista
<b>MO</b>	100% Adesiva	70% Adesiva/ 30% Mista	70% Adesiva / 30% Mista
<b>RO</b>	100% Adesiva	100% Adesiva	100% Adesiva
<b>AO</b>	100% Adesiva	100% Adesiva	100% Adesiva

## 5 DISCUSSÃO

As ZLS são uma nova classe de cerâmicas reforçadas que possuem uma porcentagem menor de fase cristalina (4-50%) em comparação com cerâmicas de Dissilicato de Lítio (~ 70%). Apresentam boas propriedades mecânicas e estéticas ao mesmo tempo, devido à inclusão de 10% de zircônia dissolvida na matriz de vidro, resultando em cristais de silicato de lítio quatro vezes menores (MOKHTARPOUR et al., 2017; MENDONÇA ET al., 2018). São comparáveis a cerâmica de Dissilicato de Lítio tanto na resistência, quanto as características ópticas (PREIS et al., 2015; VENTURINI et al., 2019).

Muitos fatores estão envolvidos no sucesso em longo prazo dessas restaurações cerâmicas (BARATTO et al., 2015). O mesmo é influenciado pelas características do material cerâmico utilizado (composição, processamento e espessura), pelas características do elemento dental remanescente e pelo protocolo de cimentação implementado, o qual é de extrema importância para o alcance do sucesso (CARVALHO et al., 2011; KIM et al., 2015; BELLAN et al., 2017; MONTEIRO et al., 2018).

O presente estudo apresentou o objetivo de avaliar o efeito de diferentes tipos de tratamentos de superfície na resistência de união ao microcisalhamento de cerâmicas vítreas reforçadas com dióxido de zircônio e cerâmica de dissilicato de lítio cimentadas com um cimento resinoso autocondicionante/autoadesivo, após termociclagem.

Todas as amostras foram submetidas à termociclagem para simulação parcial das condições clínicas a longo prazo, mostrando informações importantes em relação a longevidade da restauração (MAROCHO et al., 2013; JOHNSON et al., 2017; TSUJIMOTO et al., 2017). No presente estudo foi realizado o envelhecimento hidrotérmico através da termociclagem com 10000 ciclos (ARMSTRONG et al., 2016), os quais segundo Gale e Darvel (1999) equivalem a um ano de uso clínico.

Foi eleito um cimento resinoso autocondicionante/autoadesivo para se obter uma simplificação do processo de cimentação, visto que o mesmo é complexo, sensível e que esses cimentos resinosos atuais apresentam uma boa resistência adesiva (BREEMER et al., 2015; PREIS et al., 2015; BELLAN et al., 2017).

Para uma cimentação satisfatória, são utilizados alguns procedimentos de tratamento de superfície para promover uma união estável entre cerâmica e dente

(FRANKENBERGER et al., 2009; EL ZOHAIRY et al., 2010; STEINHAUSER et al., 2014). Tais tratamentos são necessários para modificar a superfície dessas estruturas, pois geralmente são lisas e com baixa energia superficial (STEINHAUSER et al., 2014; STRASSER et al., 2018). A literatura apresenta várias técnicas de tratamentos, desde a adesão química até retenção micromecânica (BELLAN et al., 2017; MOKHTARPOUR et al., 2017).

Uma das hipóteses do presente trabalho é que os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais cerâmico. O que pode ser confirmado pelo teste de Perfilometria óptica, que mostrou diferentes rugosidades para cada tratamento de superfície, o que foi estatisticamente significativo. A rugosidade superficial é um aspecto importante que descreve a efetividade dos procedimentos de pré-tratamento (STRASSER et al., 2018; XINYI et al., 2019).

Todas as cerâmicas do presente estudo apresentaram rugosidade superficial diferente para todos os tratamentos de superfícies e grupo controle, o que foi estatisticamente significativo. Segundo Strasser *et al.* (2018), cada pré tratamento específico mostra resultados diferentes para cada classe de material.

O grupo Controle apresentou a menor média de rugosidade para todas as cerâmicas. Isso se justifica, pois os tratamentos de superfícies são para modificar e criar retenções, seja química ou micromecânica, enquanto as peças sem tratamento de superfície, geralmente são lisas e com baixa energia superficial, o que impede a penetração dos agentes cimentantes na superfície do material (JARDEL et al., 1999; QUEIROZ et al., 2012; STEINHAUSER et al., 2013; RAMAKRISHNAIAH et al., 2016; BELLAN et al., 2017).

No E-max e no Celtra o grupo submetido ao jateamento de Óxido de Alumínio apresentaram as maiores médias para perfilometria e no Suprinity o grupo HF que obteve maior média. Isso se deve ao jateamento gerar uma superfície rugosa irregular, com possíveis lacunas e com maior área de superfície, o que melhora a molhabilidade do cimento (STAWARCZYK et al., 2012; HIGASHI et al., 2015; CURA et al., 2016; SATO et al., 2016; BELLAN et al., 2017; STRASSER et al., 2018). Quanto ao grupo HF, o condicionamento remove seletivamente a matriz vítrea, expondo a estrutura cristalina e gerando uma maior energia de superfície (SATO et al., 2016; BELLAN et al., 2017).

No presente estudo, a análise qualitativa do MEV-VEG referentes às amostras de E.max, Celtra e Suprinity do grupo controle apresentaram uma

superfície homogênea, com características microestruturais de cada material, possuindo ranhuras devido ao processo de confecção dos discos. A literatura afirma que os materiais Celtra Duo e Suprinity apresentam microestruturas muito semelhantes, constituídas principalmente por duas fases cristalinas (BELLI et al., 2017). Mendonça *et al.* (2018) relata que no Emax é possível observar pequenos cristais em forma de agulha embutidos em uma matriz vítrea. E nas ZLS os cristais são ligeiramente maiores com aparência mais alongada, arredondada, semelhante a bastonetes.

Nos grupos com condicionamento de HF mais aplicação de silano, é possível verificar um aumento no grau de dissolução da fase vítrea, apresentando uma superfície irregular e com microporosidade. Strasser *et al.* (2018) e Ramos *et al.* (2016) afirmam que as superfícies de cerâmicas de vidros condicionadas por HF possuem padrões fortes e homogêneos de corrosão, resultando em uma superfície porosa com microcavidades.

Os grupos que receberam o jateamento de Óxido de Alumínio e Rocatec apresentaram uma imagem similar devido à deposição do óxido de alumínio 50µm e Rocatec 30µm (Óxido de alumínio revestido por sílica) por toda a superfície, gerando uma superfície mais áspera e conseqüentemente um aumento na rugosidade superficial, em virtude também da ação das partículas jateadas sob pressão. A literatura confirma esse padrão (SATO et al., 2016; XINYI et al., 2019).

As imagens do MEV das amostras do grupo MO apresentaram ranhuras não muito evidentes, demonstrando que esse tratamento provoca pouco aumento de rugosidade superficial. Strasser *et al.* (2018) confirmam essas pequenas alterações, e sugere que isso ocorre porque o primer presente no próprio Monobond tenha causado o revestimento da superfície.

A análise EDS do presente estudo demonstrou que as cerâmicas E-max, Celtra e Suprinity apresentaram em sua composição uma maior porcentagem de oxigênio e sílica e menores percentuais de potássio e alumínio, como encontrado na literatura (RAMOS et al., 2016; RQUIERI et al., 2018; MENDONÇA et al., 2018). A análise não demonstrou a presença de Lítio, mas sabe-se que ele é um dos principais elementos na composição de ambos os materiais. Riquieri *et al.* (2018) justifica essa ausência devido ao seu baixo peso molecular, já Mendonça et al., (2018) declara ser devido ao revestimento do material com ouro.

No presente estudo as cerâmicas Celtra e Suprinity apresentaram em média 7% e 8% de Zircônio, respectivamente. Os fabricantes relatam em média de 10% de Óxido de Zircônio, Riquieri *et al.* (2018) encontraram 12 a 13% e Ramos *et al.* (2016) encontraram 15,5%. Belli *et al.* (2017) justificou essa variação, devido a presença de fósforo, cujo pico no EDS é sobreposto pelo pico de zircônia.

A hipótese de que a resistência ao microcissalhamento é influenciada por cada tratamento de superfície empregado também foi aceita. O E-max apresentou uma maior resistência de união ao microcissalhamento para o grupo HF (26,45), o que foi estatisticamente significativo, enquanto aos demais grupos de tratamento de superfície para esse material não apresentaram diferença estatística. O Celtra também apresentou uma maior resistência de união para o grupo HF (22,85), em seguida do grupo MO (19,61), sendo estatisticamente significativo, no entanto para os grupos OA e ROC não houve diferença estatística. O Suprinity foi semelhante ao Celtra, com uma maior resistência de união para o grupo HF (22,8), em seguida do grupo MO (19,41), apresentando diferença estatística, e para os grupos OA e ROC não apresentou diferença estatística.

Vários estudos confirmam que o condicionamento com HF seguida pela aplicação do silano é o melhor tratamento de superfície para cerâmicas vítreas (Celtra Duo, Suprinity e E-max), as mesmas apresentam uma resistência de união insatisfatória aos outros pré-tratamentos mecânicos (NAGI *et al.*, 2004; TIAN *et al.*, 2014; RAMAKRISHNAIAH *et al.*, 2016; SATO *et al.*, 2016; MOKHTARPOUR *et al.*, 2017; MONTEIRO *et al.*, 2018; STRASSER *et al.*, 2018). O condicionamento com HF realiza alterações micro-morfológicas, ele dissolve a matriz vítrea criando microporos, onde o cimento penetra e proporciona intertravamentos micromecânicos (BONA *et al.*, 2002; RAMAKRISHNAIAH *et al.*, 2016). Segundo Hooshmand *et al.* (2008) a aplicação de HF deve ser equilibrada, para evitar danos e enfraquecer o material cerâmico. A mesma deve seguir as instruções do fabricante para o pré tratamento do Celtra, Suprinity e E-max (OZCAN *et al.*, 2012; STRASSER *et al.*, 2018).

Os grupos submetidos ao jateamentos com OA e ROC não apresentaram uma boa resistência de união. Segundo Kern e Thompson (1994), isso é atribuído ao fato de que as irregularidades criadas pelo jateamento serem desprovidas de microrretenção. No caso do ROC, o óxido de alumínio revestido por sílica gerou pequenas irregularidades, com uma aspereza limitada, o que não colaborou para as

ligações químicas e físicas com o cimento resinoso, principalmente para as amostras submetidas à termociclagem (SATO et al., 2016).

A última hipótese também foi aceita, em que os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de microcislamento, são dependentes de cada material cerâmico. Para o ROC, o E-max (9,07) e o Suprinity (7,65) foram estatisticamente semelhantes, diferente do Celtra (5,19). Para o OA, o E-max (6,39) foi semelhante ao Celtra (8,27), o qual também foi semelhante ao Suprinity (9,62). Para MON e HF, o E-max foi estatisticamente significativo, enquanto o Celtra e Suprinity não apresentaram diferenças estatísticas em ambos.

A análise de fraturas após o ensaio mecânico do presente estudo apresentou apenas falhas adesivas para os quatro diferentes tratamentos de superfícies no E-max. O Suprinity e o Celtra submetidos ao OA e RO também apresentaram somente falhas adesivas. As ZLS submetidas ao HF apresentaram a maioria de falhas mistas (87,5% de falhas coesivas e 12,5% de falhas adesivas) e as submetidas ao MO a maioria de falhas adesivas (70% de falhas adesivas e 30% de falhas mistas). Ressaltando que todas as falhas mistas eram adesivas e coesivas na cerâmica.

As falhas coesivas predominam quando a resistência de união excede a força coesiva do cimento e da cerâmica. Enquanto as falhas mistas mostram que a força do substrato e cimento são iguais a da área de adesão (BARATTO et al., 2015; MOKHTARPOUR et al., 2017). Della e Northeast (1994) e Xinyi *et al.* (2019) afirmam que o modo de falha do ensaio de microcislamento é mais intuitivo do que o valor de resistência de união, e que o mesmo pode refletir indiretamente na força de adesão.

Segundo Monteiro *et al.* (2018), a maioria das falhas de materiais vitrocerâmicas iniciam-se a partir de defeitos e tensões existentes na superfície cerâmica de cimentação. Vários fatores podem contribuir para formação das mesmas, alguns autores afirmam que o processo de preparação da amostra (polimento) colabora para criação de defeitos na superfície cerâmica (WENDLER et al., 2017; RIQUEIRI et al., 2018). Outros sugerem que esses defeitos podem ser devido à incompatibilidade térmica entre as fases no processo de cristalização, resultando em alta magnitude de tensões residuais, que são aliviadas durante o resfriamento por meio de microfissuras (WENDLER et al., 2017; VENTURINI et al., 2019; WENDLER et al., 2019). Wendler *et al.* (2017) e Monteiro *et al.* (2018) ainda relatam que o condicionamento com HF pode contribuir para criar defeitos superficiais e múltiplas fissuras. A literatura apresenta um

embasamento científico para justificar o alto índice de falhas mistas encontrados nas ZLS para o grupo MO e principalmente para o grupo HF, no presente estudo.

Com a aplicação clínica crescente de cerâmicas vítreas reforçadas, torna se essencial o estudo de diferentes tratamentos de superfície, em busca de um protocolo de cimentação, para se obter uma resistência de união satisfatória. Visto que o procedimento de cimentação é primordial na longevidade de restaurações indiretas.

## 6 CONCLUSÃO

A partir do presente estudo, pode se concluir que:

- Os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais cerâmicos estudados;
- Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de microcislamento, são dependentes de cada material cerâmico;
- O tratamento de superfície que apresentou maior média de resistência de união, através do Ensaio de microcislamento, foi o condicionamento com Ácido Hidrofluorídrico à 10% por 20 segundos em todas as cerâmicas analisadas;
- A resistência ao microcislamento é influenciada por cada tratamento de superfície empregado.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANUSAVICE, K.J. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal–ceramic fixed dental prostheses. **Dent Mater.**v.28, p.102–11, 2012.

ARMSTRONG, S.; et al. Academy of dental materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength approach. **Dent Mat.** P. 1-11, 2016.

BARATTO, S.S.P.; SPINA, D.R.F.; GONZAGA, C.C.; CUNHA, L.F.;FURUSE, A.Y.; BARATTO FILHO, F.; CORRER, G.M. Si lanated Surface Treatment : Effects on the Bond Strength to Lithium Disilicate Glass-Ceramic. **Brazilian Dental Journal.** V. 26, n. 5, p. 474-477, 2015

BELLI, R, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater.** v. 33, n. 1, p. 84–98, 2017.

BELLAN, M.C., et al. Microtensile bond strength of CAD/CAM materials to dentin under different adhesive strategies. **Braz. Oral Res.** v. 31, p.109, 2017.

BONA, A.D.; ANUSAVICE, K.J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics.**Int. J. Prosthodont.** V. 15, p. 159–167, 2002.

BREEMER, C.R.G.; GRESNIGT, M.M.M.; CUNE, M.S.Cementation of Glass-Ceramic Posterior Restorations: A Systematic Review. **BioMed Research International.** P. 16, 2015.

CARVALHO, R.F. et al. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. **DentMater J.** v. 30, n. 3, p. 392-7, 2011.

CURA, M.; GONZÁLEZ-GONZÁLEZ, I.; FUENTES, V.; CEBALLOS, L. Effect of surface treatment and aging on bond strength of composite resin onlays. **J Prosthet Dent.** V. 116, n. 3, p. 389-96, 2016.

DELLA BONA, A.; NORTHEAST, S.E. Shear bond strength of resin bonded ceramic after different try-in procedures. **J. Dent.** V. 22; n. 2, p. 103–107, 1994.

DENRY, I. e HOLLOWAY, J.A. Ceramics for dental applications: A review Materials. **J Dent Res.** 2010,v.3, n.1, p. 351-368, 2010.

ELSAKA S.E.e ELNAGHY A.M.Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic.**Dental Materials**. v. 32, n. 7, p. 908-14, 2016.

EL ZOHAIRY, A.A; SABER, M.H.; ABDALLA, A.I.; FEILZER, A.J. Microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. **Dent Mater**. V. 26, p. 848-854, 2010.

FRANKENBERGER, R.; REINELT, C.; PETSCHERT, A.; KRÄMER, N. Operator vs. material influence on clinical outcome of bonded ceramic inlays. **Dent Mater**. v.25, p. 960-968, 2009.

GALE, M.S.; DARVEL, B.W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **J Dent**. V. 27, n. 2, p. 89-99, 1999.

HIGASHI M; MATSUMOTO, M.; KAWAGUCHI A.; MIURA, J.; MINAMINO, T.; KABETANI T. Bonding effectiveness of self-adhesive and conventional-type adhesive resin cements to CAD/CAM resin blocks. Part 1: effects of sandblasting and silanization. **Dent Mater J**. v.35, n. 1, p. 21-8, 2016.

JARDEL, V.; DEGRANGE, M.; PICARD, B.; DERRIEN, G. Surface energy of etched ceramic. **Int J Prosthodont**. V.12, n.5, p. 415-8, 1999.

JOHSON, G.H. et al. Simplified cementation of lithium disilicate crowns: Retention with various adhesive resin cement combinations. **J Prosth**. P. 1-7, 2017.

KERN, M., THOMPSON, V.P. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: Volume loss, morphology, and changes in the surface composition .**Journal of Prosthetic Dentistry**. V. 71, n. 5, p. 453-461, 1994.

KIM, R.J.Y.;WOO, J.S.; LEE, I.B.; YI, Y.A.; HWANG, J.Y.; SEO D.G. Performance of universal adhesive on bonding toleucite-reinforced ceramic. **Biomater Res**. v. 22, n.19, p.11, 2015.

MAROCHO, S.M.S.; et al. Effect of resin cement type on the microtensile bond strength to lithium disilicate ceramic and dentin using different test assemblies. **J Adhes Dent**. V.15, n. 4, p. 361 – 368, 2013.

MENDONÇA, A.F. etal. Microstructural and Mechanical Characterization of CAD/CAM Materials for Monolithic Dental Restorations. **Journal of Prosthodontics**. V. 0, p. 1–8, 2018.

MOKHTARPOUR, F.;ALAGHEHMAND, H.; KHAFRI, S. Effect of hydrofluoric acid surface treatments on micro-shear bond strength of CAD/CAM ceramics. **Electronic Physician**. V. 9, n. 10, p. 5487-5493, October 2017

MONTEIRO, J.B., et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. **Dental Materials**. V.3 4, p. 891-900, 2018.

NAGI, T.; KAWAMOTO, Y. Effect of hydrofluoric acid etching on bond strength of composite luting agent to lithium disilicate ceramics material. **Int. Chin. J. Dent**. V. 4, p. 100–106, 2004.

OZCAN, M.; ALLAHBEICKARAGHI A; DUNDAR, M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clin Oral Investig**. V. 16, n. 1, p. 15–23, 2012.

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. **Dental Materials**. v. 31, p. 1363–1369, 2015.

QUEIROZ, J.R.; BENETTI, P.; ÖZCAN, M.; OLIVEIRA, L.F.; DELLA BONA, A.; TAKAHASHI, F.E. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. **Dent Mater**. v.28, p. 189-96, 2012.

RAMAKRISHNAIAH, R., et al. The Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Surface Micromorphology, Roughness, and Wettability of Dental Ceramics. **Int.J. Mol. Sci**. v. 17, p 822, 2016.

RAMOS, N.C., et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. **Dental Materials**. V 32, n.7, p.870-8, 2016.

RIQUIERI, H., et al. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. **Dental Materials**. v. 34, p.1483-1491, 2018.

SATO, T.P., et al. Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconia-reinforced Lithium Silicate Ceramic. **Operative Dentistry**. V. 41, n.3, p. 284-292, 2016.

STAWARCZYK, B.; BASLER, T.; ENDER, A.; ROOS, M.; OZCAN, M.; HÄMMERLE, C. Effect of surface conditioning with airborne-particle abrasion on the tensile strength of polymeric CAD/CAM crowns luted with self-adhesive and conventional resin cements. **J Prosthet Dent**. V. 107, n. 2, p. 94-101, 2012.

STEINHAUSER, H.C.; TURSSI, C.P.; FRANÇA, F.M.G.; AMARAL, F.L.B.; BASTING, R.T. Micro-shear bond strength and surface micromorphology of a feldspathic ceramic treated acid etching. **J Appl Oral Sci**. V. 22, n. 2, p. 85-90, 2014.

STRASSER, T., et al. Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment. **Clin Oral Invest.** 2018.

TSUJIMOTO, A., et al. Interfacial characteristics and bond durability of universal adhesive to various substrates. **Oper. Dent.** V. 42, n. 2, p.59–70, 2017.

VENTURINI, A.B.; PROCHNOW, C.; PEREIRA, G.K.R.; SEGALA, R.D.; KLEVERLAAN, C.J.; VALANDRO, L.F. Fatigue performance of adhesively cemented glass-, hybrid- and resin-ceramic materials for CAD/CAM monolithic restorations. **Dental Materials.** V. 35, p. 534–542, 2019.

WENDLER, M., et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. **Dental Materials.** v. 33, p. 99–109, 2017.

WENDLER, M.; BELLI, R.; LOHBAUER U. Factors influencing development of residual stresses during crystallization firing in a novellithium silicate glass-ceramic. **Dental Materials.** V. 33, p. 12, 2019.

XINYI WU; XIE, H.; MENG, H.; YANG, L.; CHEN, B.; CHEN, Y.; CHEN, C. Effect of tribo chemical silica coating or multipurpose products on bonding performance of a CAD/CAM resin-based material. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.** V. 90, p. 417–425, 2019.

## 6 CONCLUSÃO

A partir do presente estudo, pode se concluir que:

- Os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais cerâmicos estudados;
- Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de microcislamento, são dependentes de cada material cerâmico;
- O tratamento de superfície que apresentou maior média de resistência de união, através do Ensaio de microcislamento, foi o condicionamento com Ácido Hidrofluorídrico à 10% por 20 segundos em todas as cerâmicas analisadas;
- A resistência ao microcislamento é influenciada por cada tratamento de superfície empregado.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANUSAVICE, K.J. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal–ceramic fixed dental prostheses. **Dent Mater.**v.28, p.102–11, 2012.

ARMSTRONG, S.; et al. Academy of dental materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength approach. **Dent Mat.** P. 1-11, 2016.

BARATTO, S.S.P.; SPINA, D.R.F.; GONZAGA, C.C.; CUNHA, L.F.;FURUSE, A.Y.; BARATTO FILHO, F.; CORRER, G.M. Si lanated Surface Treatment : Effects on the Bond Strength to Lithium Disilicate Glass-Ceramic. **Brazilian Dental Journal.** V. 26, n. 5, p. 474-477, 2015

BELLI, R, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater.** v. 33, n. 1, p. 84–98, 2017.

BELLAN, M.C., et al. Microtensile bond strength of CAD/CAM materials to dentin under different adhesive strategies. **Braz. Oral Res.** v. 31, p.109, 2017.

BONA, A.D.; ANUSAVICE, K.J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. **Int. J. Prosthodont.** V. 15, p. 159–167, 2002.

BREEMER, C.R.G.; GRESNIGT, M.M.M.; CUNE, M.S. Cementation of Glass-Ceramic Posterior Restorations: A Systematic Review. **Bio Med Research International.** P. 16, 2015.

CARVALHO, R.F. et al. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. **Dent Mater J.** v. 30, n. 3, p. 392-7, 2011.

CURA, M.; GONZÁLEZ-GONZÁLEZ, I.; FUENTES, V.; CEBALLOS, L. Effect of surface treatment and aging on bond strength of composite resin onlays. **J Prosthet Dent.** V. 116, n. 3, p. 389-96, 2016.

DELLA BONA, A.; NORTHEAST, S.E. Shear bond strength of resin bonded ceramic after different try-in procedures. **J. Dent.** V. 22; n. 2, p. 103–107, 1994.

DENRY, I. e HOLLOWAY, J.A. Ceramics for dental applications: A review Materials. **J Dent Res.** 2010,v.3, n.1, p. 351-368, 2010.

ELSAKA S.E.e ELNAGHY A.M. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. **Dental Materials**. v. 32, n. 7, p. 908-14, 2016.

EL ZOHAIRY, A.A; SABER, M.H.; ABDALLA, A.I.; FEILZER, A.J. Microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. **Dent Mater**. V. 26, p. 848-854, 2010.

FRANKENBERGER, R.; REINELT, C.; PETSCHERT, A.; KRÄMER, N. Operator vs. material influence on clinical outcome of bonded ceramic inlays. **Dent Mater**. v.25, p. 960-968, 2009.

GALE, M.S.; DARVEL, B.W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **J Dent**. V. 27, n. 2, p. 89-99, 1999.

HIGASHI M; MATSUMOTO, M.; KAWAGUCHI A.; MIURA, J.; MINAMINO, T.; KABETANI T. Bonding effectiveness of self-adhesive and conventional-type adhesive resin cements to CAD/CAM resin blocks. Part 1: effects of sandblasting and silanization. **Dent Mater J**. v.35, n. 1, p. 21-8, 2016.

JARDEL, V.; DEGRANGE, M.; PICARD, B.; DERRIEN, G. Surface energy of etched ceramic. **Int J Prosthodont**. V.12, n.5, p. 415-8, 1999.

JOHSON, G.H. et al. Simplified cementation of lithium disilicate crowns: Retention with various adhesive resin cement combinations. **J Prosth**. P. 1-7, 2017.

KERN, M., THOMPSON, V.P. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: Volume loss, morphology, and changes in the surface composition. **Journal of Prosthetic Dentistry**. V. 71, n. 5, p. 453-461, 1994.

KIM, R.J.Y.;WOO, J.S.; LEE, I.B.; YI, Y.A.; HWANG, J.Y.; SEO D.G. Performance of universal adhesive on bonding toleucite-reinforced ceramic. **Biomater Res**. v. 22, n.19, p.11, 2015.

MAROCHO, S.M.S.; et al. Effect of resin cement type on the microtensile bond strength to lithium disilicate ceramic and dentin using different test assemblies. **J Adhes Dent**. V.15, n. 4, p. 361 – 368, 2013.

MENDONÇA, A.F. et al. Microstructural and Mechanical Characterization of CAD/CAM Materials for Monolithic Dental Restorations. **Journal of Prosthodontics**. V. 0, p. 1–8, 2018.

MOKHTARPOUR, F.;ALAGHEHMAND, H.; KHAFRI, S. Effect of hydrofluoric acid surface treatments on micro-shear bond strength of CAD/CAM ceramics. **Electronic Physician**. V. 9, n. 10, p. 5487-5493, October 2017

MONTEIRO, J.B., et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. **Dental Materials**.V.3 4, p. 891-900, 2018.

NAGI, T.; KAWAMOTO, Y. Effect of hydrofluoric acid etching on bond strength of composite luting agent to lithium disilicate ceramics material. **Int. Chin. J. Dent.** V. 4, p. 100–106, 2004.

OZCAN, M.; ALLAHBEICKARAGHI A; DUNDAR, M. Possible hazar dous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clin Oral Investig**.V. 16, n. 1, p. 15–23, 2012.

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. **Dental Materials**. v. 31, p. 1363–1369, 2015.

QUEIROZ, J.R.; BENETTI, P.; ÖZCAN, M.; OLIVEIRA, L.F.; DELLA BONA, A.; TAKAHASHI, F.E. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. **Dent Mater**. v.28, p. 189-96, 2012.

RAMAKRISHNAIAH, R., et al. The Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Surface Micromorphology, Roughness, and Wettability of Dental Ceramics.**Int.J. Mol. Sci.** v. 17, p 822, 2016.

RAMOS, N.C., et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. **Dental Materials**. V 32, n.7, p.870-8, 2016.

RIQUIERI, H., et al. Impact of crystallization firing process on themicro structure and flexural strength ofzirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. **Dental Materials**. v. 34, p.1483-1491, 2018.

SATO,T.P., et al. Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconiare inforced Lithium Silicate Ceramic. **Operative Dentistry**. V. 41, n.3, p. 284-292, 2016.

STAWARCZYK , B.; BASLER, T.; ENDER, A.; ROOS, M.; OZCAN, M.; HÄMMERLE, C. Effect of surface conditioning with airborne-particle abrasion on the tensile strength of polymeric CAD/CAM crowns luted with self-adhesive and conventional resin cements. **J Prosthet Dent**. V. 107, n. 2, p. 94-101, 2012.

STEINHAUSER, H.C.; TURSSI, C.P.;FRANÇA, F.M.G.; AMARAL, F.L.B.; BASTING, R.T. Micro-shear bond strength and surface micromorphology of a feldspathic ceramic treated acid etching. **J Appl Oral Sci**. V. 22, n. 2, p. 85-90, 2014.

STRASSER, T., et al. Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment. **Clin Oral Invest.** 2018.

TSUJIMOTO, A., et al. Interfacial characteristics and bond durability of universal adhesive to various substrates. **Oper. Dent.** V. 42, n. 2, p.59–70, 2017.

VENTURINI, A.B.; PROCHNOW, C.; PEREIRA, G.K.R.; SEGALA, R.D.; KLEVERLAAN, C.J.; VALANDRO, L.F. Fatigue performance of adhesively cemented glass-, hybrid- and resin-ceramic materials for CAD/CAM monolithic restorations. **Dental Materials.** V. 35, p. 534–542, 2019.

WENDLER, M., et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. **Dental Materials.** v. 33, p. 99–109, 2017.

WENDLER, M.; BELLI, R.; LOHBAUER U. Factors influencing development of residual stresses during crystallization firing in a novel lithium silicate glass-ceramic. **Dental Materials.** V. 33, p. 12, 2019.

XINYI WU; XIE, H.; MENG, H.; YANG, L.; CHEN, B.; CHEN, Y.; CHEN, C. Effect of tribochemical silica coating or multipurpose products on bonding performance of a CAD/CAM resin-based material. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.** V. 90, p. 417–425, 2019.