

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**

Fabíola Pessôa Pereira Leite

**Avaliação da influência do tratamento de superfície na resistência à flexão
biaxial de cerâmicas vítreas cimentadas ao G10**

Juiz de Fora
2022

Fabíola Pessoa Pereira Leite

**Avaliação da influência do tratamento de superfície na resistência à flexão
biaxial de cerâmicas vítreas cimentadas ao G10**

Tese apresentada à Comissão de Avaliação para Promoção de Carreira Docente da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito para obtenção do título de Professor Titular da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora.

Juiz de Fora

2022

Fabíola Pessôa Pereira Leite

**Avaliação da influência do tratamento de superfície na resistência à flexão
biaxial de cerâmicas vítreas cimentadas ao G10**

Tese apresentada à Comissão de Avaliação para Promoção de Carreira Docente da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito para obtenção do título de Professor Titular da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora.

Aprovada em: ____ / ____ / _____

BANCA EXAMINADORA

Henrique Duque de Miranda Chaves Filho – Doutor
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF

Estêvão Tomomitsu Kimpara – Doutor
Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho – UNESP

Flávio Domingues das Neves – Doutor
Universidade Federal de Uberlândia – UFU

Mário Alexandre Coelho Sinhoreti – Doutor
Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP

Dedico este trabalho a Deus, que inspirou este sonho em meu coração, por toda força que me concede na luta pelos meus objetivos. Dedico também aos meus pais e à minha irmã, minha família, que é o principal motivo para eu nunca desistir. Sempre será por vocês e para vocês.

AGRADECIMENTOS

Sabedoria é aprender a valorizar e agradecer por tudo que a vida nos dá. Agradeço primeiramente a Deus, que me sustentou durante esse tempo, por ter sido minha segurança, força e motivação. A Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF, na pessoa da sua diretora, Profa. Dra. Maria das Graças Affonso Miranda Chaves. Ao Instituto de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho – UNESP, na pessoa da sua diretora, Rebeca Di Nicoló, que abriu as portas para o desenvolvimento da pesquisa, bem como aos funcionários do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese da instituição. Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, na pessoa do Dr. João Paulo Machado, que contribuiu veementemente para os testes deste trabalho. À professora Marina Amaral da UNITAU – Taubaté, pela realização dos testes mecânicos da pesquisa. Às minhas orientandas Camila, Larissa e Flávia, pela fundamental e eficiente contribuição na realização deste estudo. Ao meu amigo Ronaldo Luís, por todo o apoio, atenção, solicitude e dedicação na revisão desta tese. Ao meu amigo Jean Soares, pela disponibilidade, dedicação e cuidado na revisão desta tese. Ao meu eterno orientador, professor doutor Estevão Tomomitsu Kimpara, por ser uma fonte de inspiração eterna. Obrigada pelo seu apoio, carinho, e atenção de hoje e de sempre. À minha família, por toda a dedicação, apoio irrestrito e paciência, que contribuíram diretamente para que eu pudesse ter um caminho mais leve e mais prazeroso ao longo desta jornada. Muito obrigada a todos!

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. De acordo com o tipo de material cerâmico: dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar-vivadent), cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress cad cerec, Ivoclar-Vivadent) e cerâmica infiltrada por resina (Enamic, Vita Zahnfabrik), as amostras foram divididas aleatoriamente. Quinze amostras de cada material cerâmico analisado recebeu três tipos de tratamentos de superfície (n=15), sendo eles: ácido fluorídrico 5 % 20 segundos e silano (HF 5%20s + Sil); Ácido fluorídrico 5 % 60 segundos e silano (HF 5%60s + Sil) e aplicação de Monobond Etch & Prime (Monobond), perfazendo um total de 09 grupos experimentais, sendo eles: Enamic HF 5% 20s + Sil; Enamic HF 5%60s + Sil; Enamic Monobond; Empress HF 5% 20s + Sil; Empress HF 5%60s + Sil; Empress Monobond; eMaxHF 5% 20s + Sil; eMAX HF 5%60s + Sil; eMax Monobond. Para fins de análises qualitativas complementares, três amostras foram confeccionadas e adicionadas em cada grupo, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica, além disso de amostras nas quais não houve nenhum tipo de tratamento de superfície, para avaliação da estrutura pura. Dessa forma, as três amostras extras foram fundamentais para realização das análises, envolvendo o reconhecimento das características químicas e microscópicas dos materiais utilizados. O IPS.emax CAD, Empress cad e Enamic foram cimentados em G10 (NEMA grade, G10 – 1,2mm / 2,3mm), análogo de dentina, com o cimento resinoso Relyx Ultimate (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. Para todos os grupos envolvidos, os grupos Empress Monobond, eMax Monobond e Enamic Monobond apresentaram resistência à flexão biaxial superiores aos respectivos grupos, revelando que o tratamento com Monobond Each and Primer influencia positivamente para a resistência de tais cerâmicas. O módulo de Weibull foi significativamente superior para os grupos Empress Monobond e Enamic Monobond. Os grupos com

tratamento de superfície HF60 + silano apresentaram rugosidade superior aos demais. Conclusão: O tratamento com Monobond each and primer é mais indicado para as cerâmicas de dissilicato de lítio, silicato de lítio infiltrada por polímero e silicato de lítio reforçada por leucita.

Palavras-chave: Materiais dentários. Cerâmicas dentais. Resistência a flexão biaxial. CAD/CAM.

ABSTRACT

The present study aimed to evaluate the influence of surface treatment on the biaxial flexural strength of strengthened ceramics under mechanical fatigue stress. According to the type of ceramic material: lithium disilicate (IPS e.max CAD, Ivoclar-Vivadent), leucite-reinforced ceramic (IPS empress cad cerec, Ivoclar-Vivadent) and resin-infiltrated ceramic (Enamic, Vita Zahnfabrik), the samples were randomly divided. Fifteen samples of each ceramic material analyzed received three types of surface treatments (n=15), namely: hydrofluoric acid 5% 20 seconds and silane (HF 5%20s + Sil); hydrofluoric acid 5% 60 seconds and silane (HF 5%60s + Sil) and application of Monobond Etch & Prime (Monobond), making a total of 09 experimental groups, namely: Enamic HF 5% 20s + Sil; Enamic HF 5%60s + Sil; Enamic Monobond; Empress HF 5% 20s + Sil; Empress HF 5%60s + Sil; Empress Monobond; eMaxHF 5% 20s + Sil; eMAX HF 5%60s + Sil; eMax Monobond. For further qualitative analyses, three samples were made and added to each group, and therefore not subjected to mechanical cycling, in addition to samples in which no surface treatment had been performed, to evaluate the pure structure. Thus, the three extra samples were essential for the analyses, involving the recognition of the chemical and microscopic characteristics of the materials used. IPS.emax CAD, Empress cad and Enamic were cemented on G10 (NEMA grade, G10 - 1.2 mm / 2.3 mm), dentin analog, with Relyx Ultimate resin cement (3M ESPE) after each surface treatment and were subjected to mechanical cycling for 1.0×10^6 cycles and subsequently to biaxial flexural testing (ISO 6872) immersed in water. The samples assigned the qualitative analyses were submitted to optical profilometry, scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectrometry (EDS). The data obtained in this study were submitted to the statistical model of analysis of variance (ANOVA) and Tukey's multiple comparison test. For all groups involved, the Empress Monobond, eMax Monobond and Enamic Monobond groups showed higher biaxial flexural strength than the respective groups, revealing that treatment with Monobond Each and Primer positively influences the strength of these ceramics. The Weibull modulus was significantly higher for the Empress Monobond and Enamic Monobond groups. The groups with surface treatment HF60 + silane showed higher roughness than the others. Conclusion: Monobond each and primer treatment is most indicated for lithium disilicate, polymer-infiltrated lithium silicate and leucite-reinforced lithium silicate ceramics.

Keywords: Dental materials. Dental ceramics. Biaxial flexural strength. CAD/CAM.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – ISOMET 1000 com Bloco E.max em corte	27
Figura 2 – Lixamento dos discos de E.max na Politriz Lixadeira PL02 – – Metalprisma	28
Figura 3 – Corpo de prova representativo da forma final alcançada	28
Figura 4 – Espessura e diâmetro do disco	29
Figura 5 – Delineamento dos grupos	30
Figura 6 – ERIOS, Modelo: ER-11000 Simulador de fadiga	32
Figura 7 – Dispositivo metálico para fixação das amostras no equipamento	33
Figura 8 – Emic com amostra posicionada	34
Figura 9 – Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-INPE)	35
Figura 10 – Perfilometria 3D, E.max controle	38
Figura 11 – Perfilometria 3D, grupo E.HF 20s	38
Figura 12 – Perfilometria 3D, grupo E.HF 20ss	38
Figura 13 – Perfilometria 3D, grupo E.HF 60s	38
Figura 14 – Perfilometria 3D, grupo EHF 60ss	38
Figura 15 – Perfilometria 3D, Empress sem tratamento	38
Figura 16 – Perfilometria 3D grupo Em. HF 20s	38
Figura 17 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF 20ss	38
Figura 18 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF 60s	38
Figura 19 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF 60ss	38
Figura 20 – Perfilometria 3D, Enamic sem tratamento	38
Figura 21 – Perfilometria 3D, grupo En. HF 20s	38
Figura 22 – Perfilometria 3D, grupo En. HF 20ss	38
Figura 23 – Perfilometria 3D, grupo En. HF 60s	38
Figura 24 – Perfilometria 3D, grupo En. HF 60s	38

Figura 25 – E.max sem tratamento de superfície	39
Figura 26 – E.max com Ácido Fluorídrico 5% por 20s	39
Figura 27 – E.max com Ácido Fluorídrico 5% por 20s + Silano	39
Figura 28 – E.max com Ácido Fluorídrico 5% por 60s	40
Figura 29 – E.max com Ácido Fluorídrico 5% por 60s + Silano	40
Figura 30 – E.max com Mep	40
Figura 31 – Enamic sem tratamento de superfície	40
Figura 32 – Enamic com Ácido Fluorídrico 5% por 20s	40
Figura 33 – Enamic com Ácido Fluorídrico 5% por 20s + Silano	40
Figura 34 – Enamic com Ácido Fluorídrico 5% por 60s	41
Figura 35 – Enamic com Ácido Fluorídrico 5% por 60s + Silano	41
Figura 36 – Enamic com Mep	41
Figura 37 – Empress sem tratamento de superfície	41
Figura 38 – Empress com Ácido Fluorídrico 5% por 20s	41
Figura 39 – Empress com Ácido Fluorídrico 5% por 20s + Silano	41
Figura 40 – Empress com Ácido Fluorídrico 5% por 60s	42
Figura 41 – Empress com Ácido Fluorídrico 5% por 60s + Silano	42
Figura 42 – Empress com Mep	42

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos	26
Tabela 2 – Dados obtidos através da Perfilometria	37
Tabela 3 – EDS E.max CAD	42
Tabela 4 – EDS Empress CAD	43
Tabela 5 – EDS Enamic CAD	43
Tabela 6 – Resultados da resistência à flexão biaxial	44

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AL	Alumínio
C	Grupo controle
E	IPS.Emax
Em	IPS Empress Cad
En	Enamic
HF	Ácido fluorídrico
HZ	Hertz
M	Tratamento de superfície com Monobond etch & prime
MEP	Monobond Etch & Prime
Min	Minutos
MPA	Milipascal
Na	Sódio
O	Oxigênio
Si	Silício
Zr	Zircônio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	REVISÃO DA LITERATURA	16
3	PROPOSIÇÃO	25
4	MATERIAIS E MÉTODOS	26
4.1	MATERIAIS UTILIZADOS	26
4.2	OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS	26
4.3	DELINEAMENTO DOS GRUPOS	29
4.4	CIMENTAÇÃO DAS AMOSTRAS	31
4.5	ENSAIOS	32
4.5.1	Fadiga mecânica	32
4.5.2	Ensaio de resistência à flexão biaxial	33
4.5.3	Análises complementares	34
4.5.4	Perfilometria óptica	34
4.5.5	Microscopia eletrônica de varredura	35
4.5.6	Microscopia e espectrometria por energia dispersiva	36
4.5.7	Análises estatísticas	36
5	RESULTADOS	37
5.1	PERFILOMETRIA	37
5.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	38
5.3	ESPECTROMETRIA POR ENERGIA DISPERSIVA	42
5.4	RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL	43
6	DISCUSSÃO	45
7	CONCLUSÃO	49
	REFERÊNCIAS	50

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novas cerâmicas continua mantendo-as como um tema atual na odontologia e para alcançar resultados protéticos cada vez melhores, as pesquisas tem avançado para a utilização de restaurações produzidas pelo sistema CAD/CAM (*computer-aided design / computer-aided manufacturing*) (Souza Carvalho et al., 2022). Materiais com diferentes composições e microestruturas estão disponíveis para CAD/CAM como as cerâmicas vítreas a base de dissilicato de lítio, silicato de lítio, infiltradas por resina e infiltradas por leucita. Esse tipo de processamento promove, ainda, uma melhor precisão e adaptação das restaurações através da fresagem de blocos pré-fabricados, além da vantagem de permitir a confecção de restaurações indiretas em sessão única (WENDLER et al., 2021; OTTONI et al., 2018).

As cerâmicas vítreas podem ser classificadas quanto a sua composição, se diferenciando em cerâmicas vítreas (como as feldspáticas, as leucíticas e o dissilicato de lítio) e cerâmicas cristalinas/policristalinas (sendo um exemplo clássico a zircônia). As primeiras são compostas por um material amorfo, uma fase vítrea e, eventualmente, um conteúdo cristalino, mas em baixa proporção (Farias, Vasconcelos, e Vasconcelos, 2021). Recentemente uma nova categoria de materiais CAD/CAM híbridos que combinam as características positivas da cerâmica e dos compósitos (ELSAKA, 2015; LAWSON e BURGESS, 2015) foi desenvolvida para tentar mimetizar esteticamente um dente natural (ALBERO et al., 2015; COLDEA, SWAIN e THIEL, 2013), além de promover uma melhor distribuição de carga mecânica sobre o material (BOTTINO et al., 2015). Conhecido como uma “rede de cerâmica infiltrada por polímeros (PICN)”, possui, portanto, duas fases interligadas, uma feldspática porosa e uma infiltração polimérica (ALBERO et al., 2015, AWADA e NATHANSON, 2015). Um exemplo é a ENAMIC (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), composta por 86% (em peso) de uma matriz inorgânica de cerâmica feldspática infiltrada com por copolímeros orgânicos (dimetacrilato de uretano e dimetacrilato de trietileno-glicol), que constitui 14% (em peso) (LEUNG et al., 2015).

O adequado tratamento da superfície interna de restaurações indiretas, são fundamentais para a efetividade da adesão entre peça e substrato dental. Esta etapa consiste em preparar a cerâmica com a criação de retenções micromecânicas, aumento da rugosidade, bem como promover uma união química entre dente e

cerâmica (Gundogdu e Aladag, 2021). O tratamento difere de acordo com a composição do material, mas cerâmicas devem ser condicionadas com ácido hidrofluorídrico (HF) seguido da aplicação de silano e do sistema adesivo (Neto et al., 2018).

Apesar de ser um protocolo já estabelecido, a concentração e o tempo de exposição são controversos, variando entre 5 e 10% e de 20 a 160 segundos. A superfície da cerâmica torna-se porosa e irregular, com alterações em sua topografia superficial, uma vez que o HF interfere na fase vítrea da cerâmica. Ademais, um primer cerâmico tem sido utilizado, sendo ele o monobond eatch and prime, que prepara a superfície em uma única etapa, como alternativa ao tratamento convencional, visto o potencial do HF de degradar excessivamente a matriz vítrea cerâmica. Algumas vantagens são observadas nesta técnica, como: menor toxicidade que HF, (El-Damhoury e Gaintantzopoulou, 2018) e simplificação (Murillo Gómez e De Góes, 2019). Contudo, ainda há poucos estudos na literatura, utilizando o primer cerâmico.

Ainda são escassas na literatura pesquisas a fim de entender o comportamento dos materiais e a limitação de estudos quanto aos resultados da qualidade da adesão nos diferentes tipos de cerâmicas após cimentação e ciclagem mecânica, a partir de diferentes tratamentos de superfície. Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar as cerâmicas que foram cimentadas em análogo de dentina, após os testes de resistência à flexão biaxial, rugosidade e microestrutura, seguidas dos diferentes tipos de condicionamento das peças, sendo eles: HF 5% por 20s, HF 5% por 60s e monobond eatch and prime. As hipóteses foram: 1) o tratamento de superfície, independentemente do tipo, influencia a resistência à flexão das cerâmicas; 2) o uso do Monobond eatch and prime promove menor rugosidade superficial comparado aos demais tratamentos.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Amaral et al. (2017) avaliaram os efeitos de duas técnicas de graduação do material de zircônia no limite de fadiga de próteses dentárias fixas de 3 unidades de contorno total (FDPs). Métodos. Blocos pré-sinterizados de 3Y-TZP foram fresados para obter sessenta e nove FDPs de 3 unidades, que foram divididos em três grupos (n = 23). O grupo controle (CTL) foi sinterizado e esmaltado seguindo as instruções do fabricante. Nos dois grupos experimentais os FDPs pré-sinterizados receberam um tratamento de infiltração de sílica/vidro na superfície antes do processo de sinterização. O grupo sílica sol-gel (SSG) foi graduado pela rota de processamento sol-gel, enquanto o grupo vidro-zircônia-vidro (GZG) foi graduado pela técnica de esmaltação. Os grupos graduados não receberam camada de glaze após a sinterização. Todos os FDPs foram então cimentados com um cimento resinoso de polimerização dupla em pilares compostos, embutidos em poliuretano e armazenados em água por cinco dias. A carga inicial do ensaio de fadiga foi calculada com base nos resultados do ensaio monotônico aplicado em três corpos de prova de cada grupo. Para determinar o limite de fadiga, 20 amostras de cada grupo foram submetidas a testes em escada (100.000 ciclos/5 Hz). Resultados. Os limites de fadiga (em Newtons) foram CTL = 1607,27, SSG = 1824,31 e GZG = 2006,57, e o teste de Dixon e Mood indicou diferenças estatisticamente significativas entre os grupos (intervalo de confiança de 95%) (GZG > SSG > CTL). A infiltração de sílica e vidro na zircônia a granel, por dois métodos diferentes de classificação, aumentou os limites de fadiga dos FDPs de zircônia monolítica.

Tribst et al. (2019) avaliaram a influência de diferentes métodos de condicionamento de superfície cerâmica na carga de falha por fadiga de restaurações de vitrocerâmica simplificada de dissilicato de lítio cimentadas adesivamente. Foram produzidos discos de cerâmica (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) ($\varnothing = 10$ mm; espessura = 1,2 mm) e resina epóxi ($\varnothing = 10$ mm; espessura = 2,3 mm). As superfícies de colagem cerâmica foram tratadas da seguinte forma: sem condicionamento e aplicação de primer MPS-silano apenas (MN); condicionamento com ácido fluorídrico (HF) 10% por 20 s seguido de aplicação de primer (HF + MN); HF + aplicação de adesivo universal multimodo (HF + SU); ataque com um primer de ataque de uma etapa (ME&P); HF + primer + adesivo convencional (HF + MN + PAB). Os discos de resina epóxi foram condicionados com HF 10% por 20 s seguido de uma camada de

agente de união (Multilink Primer A+B). Pares de discos de cerâmica/resina epóxi foram cimentados com cimento composto (Multilink N, Ivoclar Vivadent). A carga média de falha por fadiga foi determinada pelo método da escada (100.000 ciclos na frequência de 20 Hz; carga inicial = 1435 N; tamanho do degrau = 72 N). ME&P teve a maior carga de falha por fadiga, seguido pelos grupos HF, enquanto a condição não condicionada (grupo MN) teve a menor. Todas as amostras apresentaram trincas radiais originadas de defeitos na superfície cerâmica condicionada (interface). O condicionamento físico-químico simultâneo com primer cerâmico autocondicionante de uma etapa promoveu os melhores resultados de comportamento à fadiga das restaurações vitrocerâmicas. Isso pode indicar que esse condicionamento em uma etapa reduz o número de falhas na superfície cerâmica devido às alterações superficiais mais leves do que aquelas produzidas pelo ataque com ácido fluorídrico, melhorando o comportamento à fadiga.

Strasser et al. (2018) investigaram os efeitos do pré-tratamento de superfície em materiais CAD/CAM, incluindo cerâmica, zircônia, cerâmica infiltrada por resina e resina composta. As amostras foram feitas de dez materiais CAD/CAM (Celtra Duo, Degudent, D; Vita Suprinity, Vita, D; E.max CAD, Ivoclar-Vivadent, FL; E.max ZirCAD, Ivoclar-Vivadent, FL; Vita Enamic, Vita, D; Cerasmart, GC, B; LAVA Ultimate, 3M, D; SHOFU Block HC, SHOFU, US; Grandio Blocs, VOCO, D; BRILLIANT Crios, Coltene, CH) e pré-tratados para representar procedimentos clínicos (Hf 20 s/5%; ácido fosfórico 20 s/37%; Monobond etch and prime (Ivoclar-Vivadent, FL); broca diamantada refrigerada a água (80 µm; 4 µm); Jateamento de Al₂O₃ (50 µm/1 bar, 50 µm /2 bar, 120 µm/1 bar, 120 µm/2 bar); não tratado; instruções do fabricante). A análise MEV (Phenom, FEI, NL) das superfícies foi realizada (ampliações ≤ 10.000×). Os valores de rugosidade Ra, Rz (KJ 3D, Keyence, J) e energia de superfície SE (OCA15 plus, SCA20, DataPhysics, D) foram determinados (estatísticas: teste não paramétrico de Mann-Whitney U/teste de Kruskal-Wallis para amostra independente, α = 0,05). O teste de Kruskal-Wallis revelou diferenças significativas (p < 0,001) para todos os materiais com diferentes tratamentos de superfície. A rugosidade variou de Ra = 0,05 µm (VS; D4)/Rz = 0,41 µm (VS; D4) a Ra = 1,82 µm (EMA; SB120/2)/Rz = 12,05 µm (CS; SB 120/2), SE de 22,7 mN/m (VE; M) a 52,8 mN/m (CD; M). A análise SEM mostrou danos materiais-dependentes após o pré-tratamento. Diferentes materiais CAD/CAM requerem pré-tratamento individual para ativação de superfície otimizada e protetora.

Winter et al. (2019) investigaram a resistência à fratura, resistência à flexão e módulo de Weibull de um polímero CAD/CAM inovador e comparar sua resistência à fratura com a de vitrocerâmicas. Um total de 32 ($n = 16$ IPS e.max CAD (LIDI); $n = 16$ LuxaCam Composite (LUXA)) primeiro man-coroas de molares dibulares foram confeccionadas e cimentadas em troquéis metálicos com o uso de compósito cimentante. Metade dos corpos de prova foram carregados até a fratura sem envelhecimento artificial prévio. A outra metade foi submetida a ciclagem térmica ($5^{\circ}/55^{\circ}\text{C}$) e mecânica (1.200.000 ciclos, 80 N) antes do carregamento de fratura. A microscopia eletrônica de varredura foi usada para analisar o comportamento da fratura. Um teste de flexão de três pontos da resistência flexural do LUXA foi realizado de acordo com a ISO 6872:2008. Dados foram analisados por meio do teste de Kolmogorov-Smirnov, teste U de Mann-Whitney ($p < 0,05$) e análise estatística de Weibull. Resultados A resistência inicial à fratura do LIDI foi significativamente maior do que a do LUXA. No entanto, a fratura inicial resiste a incidência de LIDI diminuiu significativamente após o envelhecimento artificial. Após o envelhecimento, a resistência à fratura foi de $1050,29 \pm 325,08$ N para LUXA e $1250,09 \pm 32,53$ N para LIDI. O teste de flexão de três pontos produziu um valor médio de resistência à flexão para LUXA de $145,28 \pm 18,21$ MPa e um módulo de Weibull de $m = 9,51$. O material polimérico testado neste estudo apresentou uma resistência à fratura menor do que o material vitrocerâmico. A resistência à fratura e a resistência à flexão do LuxaCam Composite são suficientes para uso na região do primeiro molar. As propriedades mecânicas deste material inovador à base de polímero indicam que ele pode ser usado na região do primeiro molar como uma alternativa adequada à vitrocerâmica. Mais estudos clínicos são necessários para confirmar isso.

Diniz (2018) avaliou se o efeito de diferentes concentrações de ácido fluorídrico (5% e 10%), na resistência de união entre uma cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia (sem cristalização adicional, com queima de glaze e com queima adicional de cristalização) e um cimento resinoso, com e sem envelhecimento. Avaliou-se também o comportamento em fadiga de uma cerâmica à base de silicato de lítio reforçado por zircônia (sem cristalização adicional, com de queima de glaze e com queima adicional de cristalização) cimentada adesivamente a um material análogo a dentina (NEMA G10), na ausência ou presença de envelhecimento. Para o teste de microtração os blocos cerâmicos de silicato de lítio reforçado por zircônia foram cortados em blocos menores e divididos aleatoriamente em 12 grupos ($N = 72$; $n = 6$).

No teste de fadiga os espécimes foram em formato de discos (diâmetro de 12 mm e espessura de 1,2 mm) cimentados a discos de resina epoxi Nema G10 (diâmetro de 12mm e espessura de 2,3mm), divididos em 6 grupos (N = 120; n = 20) e submetidos a ensaio de fadiga pelo método da escada (100.000 ciclos, 20 Hertz de frequência). Os dados resistência de união (MPa) e fadiga (N) foram submetidos à ANOVA 2-fatores, e respectivamente submetidos aos testes de Tukey e Bonferroni ($p < 0,05$). Os resultados mostraram diferença estatisticamente significativa para o fator “termociclagem” (ANOVA 2 fatores, $p < 0,05$) sendo os grupos sem termociclagem superiores aos grupos com envelhecimento (Tukey). O teste de Bonferroni indicou que dentro da mesma condição (sem termociclagem ou com termociclagem), os grupos com queimas adicionais cristalização ou glaze apresentam resultados superiores aos grupos sem realização de queimas adicionais. Dessa forma, a união entre ZLS e cimento resinoso foi negativamente afetada pelo envelhecimento térmico em água. Já o comportamento em fadiga dos discos de ZLS cimentados em Nema G10 foi superior nos grupos que receberam queimas de glaze ou de cristalização e inferior nos grupos envelhecidos.

Prado et al. (2018) avaliaram a resistência de união ao microcisalhamento (μ SBS) do cimento composto ligado a duas vitrocerâmicas usinadas e sua durabilidade, comparando o condicionamento de superfície convencional (ácido fluorídrico + silano) com um primer de uma etapa (Monobond Etch & Prime). Materiais e Métodos: Fatias usinadas de cerâmica de dissilicato de lítio (LDC) (IPS e.max CAD) e cerâmica feldspática (FC) (VITA Mark II) foram divididas em dois grupos (n = 10) de acordo com dois fatores: 1. tratamento de superfície: HF+S (ca 5% ácido fluorídrico [IPS Ceramic Etching GEL] + agente de acoplamento silano [SIL; Monobond Plus]) ou MEP (condicionador cerâmico monocomponente; Monobond Etch & Prime); 2. condição de armazenamento: linha de base (sem envelhecimento; testado 24 h após a cimentação) ou envelhecido (70 dias de armazenamento em água + 12.000 ciclos térmicos). O cimento composto (Multilink Automix, Ivoclar Vivadent) foi aplicado às matrizes de amido nas superfícies cerâmicas tratadas e fotoativado. Um teste de μ SBS foi realizado (0,5 mm/min) e o padrão de falha foi determinado. Ângulo de contato e análises micromorfológicas também foram realizadas. Os dados foram analisados com o teste t de Student ($\alpha = 5\%$). Resultados: Para ambos os materiais cerâmicos, HF+S resultou em maior média de μ SBS (MPa) na linha de base (LDC: HF+S $21,2 \pm 2,2 >$ MEP $10,4 \pm 2,4$; FC: HF+S $19,6 \pm 4,3 >$ MEP $13,5 \pm 5,4$) e após o

envelhecimento (LDC: HF+S $14,64 \pm 2,31$ > PEmáx $9 \pm 3,4$; FC HF+S: $14,73 \pm 3,33$ > MEP $11,1 \pm 3,3$). HF+S resultou em uma diminuição estatisticamente significativa na média de μ SBS após o envelhecimento ($p = 0,0001$), enquanto a PEmáx não produziu redução significativa. O principal tipo de falha foi adesivo entre cimento compósito e cerâmica. HF+S resultou no menor ângulo de contato. Conclusões: Ácido fluorídrico + silano resultou em μ SBS média mais alta do que Monobond Etch & Prime para ambas as cerâmicas; no entanto, Monobond Etch & Prime teve uma ligação estável após o envelhecimento.

Weitzel et al. (2020) avaliaram a dureza, tenacidade à fratura, carga até a falha, fadiga cíclica e distribuição de tensão de 4 materiais de projeto assistido por computador e fabricação assistida por computador (CAD-CAM) quando ligados a um substrato semelhante à dentina (G10). Discos ($11 \times 1,2$ mm) de dissilicato de lítio (LD), cerâmica feldspática (FC), cerâmica infiltrada com polímero (PC) e resina composta nanohíbrida (NC) foram confeccionados ($n=45$) e tiveram suas superfícies polidas. A microdureza foi medida pela indentação Knoop (19,61 N, 12 segundos, $n=5$). Os espécimes entalhados foram submetidos a testes de resistência à flexão biaxial, e o defeito de origem da fratura foi medido para calcular a tenacidade à fratura ($n=5$). Quarenta discos de cada material foram colados G10. Metade dos corpos de prova foram submetidos a testes de carga até a falha, e os demais corpos de prova ($n=20$) foram submetidos a fadiga cíclica (400 N, 106 ciclos). O teste foi suspenso a cada 200.000 ciclos e as amostras foram examinadas quanto a trincas, descolamento ou falha catastrófica. Os dados obtidos foram avaliados por análise de variância e teste post hoc de Tukey ($\alpha=0,05$). A análise de Weibull também foi realizada. Um modelo 3D dos corpos de prova testados foi construído em um software de projeto, e a distribuição de tensões foi avaliada por análise de elementos finitos, com a aplicação de uma carga de 100 N normal à superfície da restauração. Resultados. Os valores de dureza com diferenças estatisticamente significativas foram LD (540,4)>FC (474,6)>PC (176,6)>NC (58,26). Os valores de tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2}) e significância estatística foram os seguintes: LD (2,25)=NC (2,46) >FC (1,14)=PC (1,18). Os valores de carga para falha (N) foram LD (2881,6)=FC (2881,6)=PC (3200,6)>NC (2367,5). Um em cada corpo de prova de LD e NC fraturou durante o teste de fadiga, e LD e PC tiveram uma alta porcentagem de trincas subsuperficiais (55% e 75%, respectivamente). O FC teve a menor taxa de descolagem após o teste de carga até a falha e nenhuma fratura ou rachadura catastrófica durante a fadiga.

Conclusões. Os materiais testados apresentaram comportamentos mecânicos diferentes dependendo dos testes realizados. A cerâmica feldspática teve o melhor comportamento à fadiga quando cimentada a um substrato tipo dentina

Menees et al. (2014) mediram e compararam a resistência à flexão de e.max CAD após abrasão de alumina em diferentes pressões e ataque ácido em diferentes concentrações e tempos. Barras de e.Max CAD (9 grupos de 10; 22 2,5 2,5 mm) foram preparadas, polidas sequencialmente com lixas 180, 320 e 600 e sinterizadas de acordo com as instruções do fabricante. Quatro grupos sofreram abrasão por partículas (partículas de alumina de 30 mm de 10 mm a 55, 100, 200 ou 300 kPa por 10 segundos). Quatro grupos foram condicionados com ácido fluorídrico a 5% (20 segundos ou 120 segundos) ou ácido fluorídrico a 9,5% (20 segundos ou 120 segundos). O controle foi apenas polido e queimado (sem tratamento). As amostras foram colocadas em um Instron (velocidade da cruzeta de 1 mm/min) e carregadas até a falha em um teste de flexão de 3 pontos. One-way ANOVA e o teste t de Dunnett determinaram diferenças intergrupos ($\alpha=0,05$). Em comparação com o controle, os grupos de 100, 200 e 300 kPa de alumina com abrasão produziram resistências flexurais significativamente mais baixas ($P < 0,001$); no entanto, a resistência flexural do grupo com abrasão de 55 kPa não foi estatisticamente diferente do controle ($P=0,080$). A resistência flexural dos grupos condicionados com ácido fluorídrico 5% e 9,5% também não foram significativamente diferentes do controle ($P > 0,050$); entretanto, o grupo de ácido fluorídrico a 9,5% em 20 segundos foi quase estatisticamente significativo ($P=0,051$). A abrasão de partículas de alumina a pressões de 100 kPa e superiores reduziu significativamente a resistência à flexão criando elevadores de tensão em e.max CAD e não deve ser usada. O condicionamento com ácido fluorídrico deve ser usado para aumentar a retenção micromecânica e limpar a superfície do entalhe da restauração antes da colagem.

Gómez, Palma-Dibb e de Goés (2018) avaliaram se os protocolos de condicionamento afetam a integridade microestrutural superficial/interna de materiais cerâmicos CAD/CAM. Sessenta blocos (3 × 3 × 3 mm) de IPS/Empress-LEU, IPS/e.max-LDC (Ivoclar-Vivadent) e Enamic-PIC (VITA). As superfícies laterais de cada bloco foram isoladas com tira de teflon e vaselina para mantê-las intactas. As amostras foram distribuídas em 6 grupos (n = 10): 1. sem tratamento (C); 2. ácido fluorídrico (HF) 5%, 20 s (HF5%20 s); 3. HF5%60s; 4. HF10%20s; 5. HF10%60s; 6. Monobond Etch & Prime (MBEP). A rugosidade da superfície (S_a) e o perfil 3D foram

obtidos usando um microscópio confocal-laser-óptico (LEXT OLS 4000, Olympus), enquanto as razões dos elementos (Si/K para LEU e LDC; Si/C para PIC) foram registradas usando energia dispersora - espectroscopia siva (EDS). Superfícies superiores (tratadas) e laterais (não tratadas) foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JSM 5600 LV, JEOL). A profundidade de ataque foi medida nas superfícies laterais. Os dados foram submetidos aos testes ANOVA-One-Way e Tukey ($\alpha = 0,05$). Resultados. Para LEU, apenas os tratamentos HF10% produziram valores de rugosidade e relações Si/K estatisticamente diferentes em relação ao grupo C. Em relação ao LDC e PIC, os grupos HF5%60 s e HF10% apresentaram valores de rugosidade maiores que o grupo C. No caso do PIC, todos os tratamentos (exceto MBEP) produziram relações Si/C mais baixas do que o grupo C. Todos os tratamentos (exceto MBEP) produziram maiores valores de profundidade de ataque do que o grupo C para todos os materiais, sendo HF10%60 s o maior (LEU: $403,2 \pm 11,4 \mu\text{m}$; LDC: $617,4 \pm 75,7$; PIC: $291,6 \pm 6,5 \mu\text{m}$). HF10% produziu mais agressividade e padrões de morfologia de alterações em superfícies superiores e laterais (SEM). Os tratamentos MBEP e HF5%20s produziram as alterações estruturais menos agressivas. O ataque ácido produz alterações superficiais e internas na configuração estrutural da cerâmica.

Moreno, Murilo-Gómez e de Goés, 2019 avaliaram o efeito de diferentes primers cerâmicos e protocolos de pós-silanização nas características físico-químicas e morfológicas de uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio. Métodos. Placas de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e-max CAD) ($6 \times 10 \times 2 \text{ mm}$) foram divididas em 3 grupos de acordo com o primer cerâmico utilizado: (1) Silano (RelyX Ceramic Primer-RL); (2) Silano + MDP (Clearfil Ceramic Primer Plus-CP); (3) Primer cerâmico autocondicionante (Monobond Etch e Prime-MB). As amostras de cada grupo foram distribuídas em 5 subgrupos de acordo com os protocolos de pós-silanização: (a) Tratado conforme recomendação do fabricante (MR), (b) MR + Secagem adicional com ar em temperatura ambiente por 30 s (RTA), (c) MR + secagem adicional com ar quente por 30 s (HT), (d) MR + Enxágue da superfície com água à temperatura ambiente por 10 s e secagem com ar à temperatura ambiente por 30 s (WT), e (e) As amostras não foram silanizadas (NS). A energia livre de superfície (SFE) foi determinada usando medidas de ângulos de contato estático com água e diiodometano. Os dados do SFE foram submetidos a Friedman seguido do teste post-hoc de Wilcoxon ($\alpha = 0,05$). A morfologia foi analisada por microscopia eletrônica de

varredura. A composição elementar e as interações químicas foram determinadas com análise de espectroscopia de fotoelétrons de raios X. Resultados. RL apresentou o maior SFE (62,4 mN/m) seguido de CP (59,7 mN/m). Os protocolos de pós-silanização resultaram em SFE semelhantes, mas WT e HT induziram os maiores ângulos de contato com a água ao usar CP e RL. O CP modificou a morfologia da superfície das cerâmicas em comparação com os grupos condicionados e tratados com RL. A presença de água foi identificada no espécime tratado com CP. Todos os primers analisados formaram ligações de siloxano com a superfície cerâmica. Os primers cerâmicos resultaram em diferentes energias livres de superfície e morfologia, mas ligações de siloxano foram identificadas para todas as soluções testadas. Os protocolos HT e WT devem ser usados com primers RL e CP. A MB não foi influenciada pelos diferentes protocolos de silanização.

Murillo-Gómez e de Góes (2017) analisaram a resistência de união entre vitrocerâmica e cimento resinoso, utilizando diferentes tratamentos de silano, não realizando condicionamento prévio com ácido fluorídrico (HF) na superfície cerâmica, após armazenamento de curto e longo prazo. Cento e oitenta placas vitrocerâmicas (IPS e.max CAD®) foram polidas e divididas em seis grupos (n=30) para receber diferentes tratamentos de silano: (1) RCP-RelyX Ceramic Primer® (silano de uma garrafa), (2) RCP+SB-RelyX Ceramic Primer e Adper Singlebond2® (silano mais adesivo separado), (3) SBU-Scotchbond Universal® (universal contendo silano adesivo), (4) CP-Clearfil Ceramic Primer® (primer silano/MDP), (5) NC-sem silano (controle negativo) e (6) condicionamento HF anterior PC (5%, 20s) mais RelyX Ceramic Primer® (controle positivo). Dois cilindros de cimento resinoso (Rely X Ultimate®) foram construídos em cada placa. Cada grupo foi dividido em dois subgrupos para serem armazenados por 24 horas (24h) ou 6 meses (6 meses) em água destilada a 37°C (n=15). Em seguida, foi realizado o teste de microcisalhamento (μ SBS). O modo de falha foi analisado por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados foram analisados estatisticamente por ANOVA de duas vias e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Ambos os fatores e sua interação resultaram estatisticamente significantes ($p\leq 0,05$). PC obteve os maiores valores de μ SBS (em MPa) em ambos os tempos de armazenamento (24h: $28,11\pm 2,44$; 6m: $19,10\pm 3,85$). Após 24h de armazenamento, os grupos RCP+SB ($10,86\pm 3,62$), SBU ($8,37\pm 4,33$) e CP ($8,05\pm 3,62$) não foram estatisticamente diferentes do NC ($8,00\pm 2,51$); apenas RCP ($19,73\pm 4,63$) e PC obtiveram valores mais elevados. Após 6 meses, apenas PC apresentou valores

maiores que NC ($0,04 \pm 0,01$). A falha coesiva no cimento resinoso foi mais prevalente para RCP-24h e PC, enquanto a falha adesiva foi mais frequente entre todos os outros grupos. Relevância clínica: Nenhum dos primers de silano disponíveis comercialmente testados melhora a adesão cerâmica/cimento a longo prazo sem realizar o ataque HF na superfície cerâmica. A combinação de ácido HF e silano permanece como tratamento padrão ouro para materiais vitrocerâmicos.

Murilo-Gómez, Wanderley e de Góes (2018) avaliaram se o uso de um adesivo universal contendo silano como primer de silano em sistemas vitrocerâmico/cimento resinoso afeta a resistência à flexão biaxial (BFS) e a integridade da interface colada após o carregamento. Disco de vitrocerâmica (IPS e.max CAD, Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Espécimes em forma de disco (6.560,1 mm de diâmetro, 0,560,1 mm de espessura) foram condicionados com ácido fluorídrico (HF) 5% por 20 segundos e divididos em quatro grupos de 30 espécimes, a serem tratados da seguinte forma: 1) Um frasco de primer de silano (RCP); 2) Aplicação separada de silano e adesivo (RCP+SB); 3) Adesivo universal contendo silano (SBU); 4) Sem tratamento (C). Após a silanização, todos os espécimes foram cimentados e polimerizados por 40 segundos. Cada camada de amostra foi medida, bem como a espessura de cada montagem, usando um paquímetro digital e microscópio eletrônico de varredura (MEV). As amostras foram armazenadas por 24 horas e submetidas ao teste BFS (1,27 mm/min). Os valores de BFS foram calculados usando a solução disco-amostra de bicamada. As interfaces coladas foram analisadas em fragmentos fraturados usando SEM. Foram aplicados os testes one-way ANOVA e Tukey ($\alpha=0,05$), assim como a análise de Weibull. O fator "tratamento com silano" foi estatisticamente significativo ($p,0,0001$). RCP+SB (372,2629,4 MPa) e RCP (364,2629,5 MPa) produziu BFS significativamente maior do que os grupos C (320,7636,3 MPa) ou SBU (338,0627,1 MPa). Não foram encontradas diferenças no módulo de Weibull (m : RCP: 10,1-17,3; RCP+SB: 10,1-17,0; SBU: 12,3-22,4; C: 7,4-2,9). A análise da interface colada exibiu separação cerâmica-cimento (SBU, C) e vazios dentro da camada de cimento resinoso (todos os grupos). Nem o BFS do sistema cerâmico/cimento nem a estabilidade da interface colada foram melhorados pelo SBU após o carregamento.

3 PROPOSIÇÃO

Objetivo específico:

O objetivo deste estudo foi verificar se há diferenças significativas na resistência das peças, após fadiga mecânica, quando elas são previamente expostas ao ácido hidrófluorídrico 5% por diferentes tempos (20 e 60s) e no uso do monobond eatch and prime nas cerâmicas EMAX, EMPRESS CAD e ENAMIC cimentadas em análogo de dentina.

Objetivo geral:

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 rugosidade.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS UTILIZADOS

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

Marca comercial	Tipo de material	Fabricante
Empress Cad A3	Feldspática reforçada por leucita	Ivoclar Vivadent
Enamic A3	Cerâmica infiltrada por polímero	Vita
IPS E.max CAD – HT / A3	Dissilicato de lítio	Ivoclar Vivadent
RelyXCeramic Primer	Silano	3M ESPE
G10	Resina epóxi reforçada com fibras de vidro	Nema Grade
Condac Porcelana	Ácido hidrófluorídrico a 5%	FGM
Cimento RelyX Ultimate	Cimento resinoso autocondicionante / autoadesivo	3M ESPE
Monobond Etch & Prime	Primer cerâmico autocondicionante	Ivoclar Vivadent

Fonte: elaborado pela autora (2022).

4.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

Inicialmente obteve-se cento e trinta e cinco amostras a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, IVOCLAR VIVADENT), cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress Cad Cerec, Ivoclar Vivadent) e cerâmica infiltrada por resina (Enamic, Vita Zahnfabrik). 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), obtendo-se dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura. O análogo de dentina, conhecido como G10 também seguiram as mesmas propriedades de corte, porém com espessura referente 2,3 mm. Todas as amostras foram submetidas à um ciclo de cristalização, realizado no forno (Programat EP5000, Ivoclar Vivadent), 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 2). 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 (Figuras 3 e 4).

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



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 2 – Lixamento dos discos de Emax na Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 3 – Corpo de prova representativo da forma final alcançada



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 4 – Espessura e diâmetro do disco



Fonte: elaborado pela autora (2022).

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.

4.3 DELINEAMENTO DOS GRUPOS

De acordo com o tipo de material cerâmico as 45 amostras foram divididas em 3 grupos sendo eles: Grupo 1- dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, ivoclar-vivadent), grupo 2- a cerâmica reforçada por leucita (IPS empress cad cerec, ivoclar – vivadent) e grupo 3-cerâmica infiltrada por resina (Enamic, Vita Zahnfabrik). Quinze amostra de cada material cerâmico analisado recebera três tipos de tratamentos de superfície (n=15), sendo eles: Ácido fluorídrico 5 % 20 segundos e silano (HF1); Ácido fluorídrico 5 % 60 segundos e silano (HF2) e aplicação de Monobond Etch & Prime (M), perfazendo um total de 09 grupos experimentais. Para fins de análises qualitativas complementares, três amostras foram confeccionadas e adicionadas em cada grupo, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica, além disso de amostras nas quais não houve nenhum tipo de tratamento de superfície, para avaliação da estrutura pura. 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 5 – Delineamento dos grupos



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Os grupos E.HF20, Em.HF20 e En.HF20 tiveram uma de suas faces submetidas ao condicionamento de superfície com ácido fluorídrico 5% (FGM, Brasil), sendo condicionados por 20 segundos e lavados 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.HF60, Em.HF60 e En.HF60 receberam o condicionamento de superfície com ácido fluorídrico 5% (FGM, Brasil), sendo condicionados por 60 segundos e lavados 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.

Por fim, os grupos E.M, Em.M e En.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.

4.4 CIMENTAÇÃO DAS AMOSTRAS

Foi utilizado o cimento resinoso autoadesivo RelyX Ultimate (3M ESPE, EUA), manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido sobre o centro da superfície cerâmica e imediatamente posicionado sobre o G10 (NEMA grade, G10), uma resina epóxi reforçada com fibras de vidro, e coberto com uma tira transparente de poliéster e uma lâmina de vidro. O G10 foi preparado unicamente com o adesivo universal (Single Bond Universal – 3M). Com 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/cm². 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.

4.5 ENSAIOS

4.5.1 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 6). 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 retroprojetor) 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 6 – ERIOS, Modelo: ER-11000 Simulador de fadiga



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 7 – Dispositivo metálico para fixação das amostras no equipamento

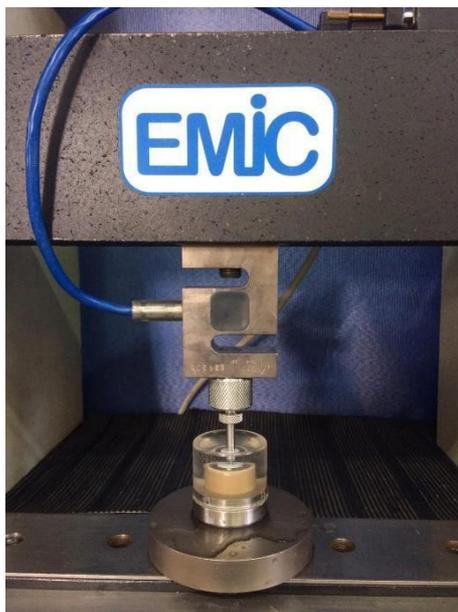


Fonte: elaborado pela autora (2022).

4.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As duzentas 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 8). 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 7). 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 8 – Emic com amostra posicionada



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Após fratura, os dados obtidos (N) foram postos na equação, de acordo com a norma ISO 6872, para realização do cálculo da resistência à flexão biaxial de cada amostra:

$$S = -0,2387 \frac{P(X-Y)}{d^2}$$

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.

4.5.3 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.

4.5.4 Perfilometria óptica

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 9).

Figura 9 – Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-INPE)



Fonte: elaborado pela autora (2022).

4.5.5 Microscopia eletrônica de varredura

Foi realizada 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. 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. Foi realizada a análise de superfície com aumento de 100x, 500x, 2000x e 10.000x.

4.5.6 Microscopia e espectrometria por energia dispersiva

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-MAXN) 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 (1mm²) os principais elementos foram analisados com real time de 100 segundos.

4.5.7 Análises estatísticas

Para avaliar os dados foi realizada uma 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%.

5 RESULTADOS

5.1 PERFILOMETRIA

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

Tabela 2 – Dados obtidos através da Perfilometria

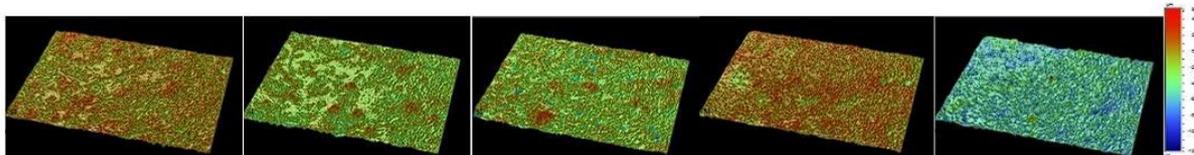
TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	E.MAX Mean	*	EMPRESS CAD Mean	*	ENAMIC Mean	*
PURO	1,02	AD	0,26	A	1,10	A
HF20+S	0,87	C	0,46	CD	0,56	CD
HF20	0,95	AC	0,30	AD	0,58	C
HF60+S	0,97	AC	0,67	BC	0,65	B
HF60	1,04	AD	0,74	B	0,73	AB
M	1,05	D	0,27	A	0,47	D

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

Fonte: elaborado pela autora (2022).

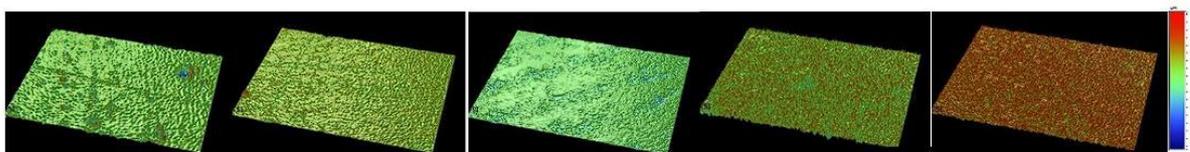
As análises de dados entre diferentes tratamentos de superfície para um mesmo material cerâmico apresentaram diferença estatística significativa entre todos os tratamentos para os grupos E.max, Empress cad e Enamic (Figuras 10 a 24).

Figura 10 – Perfilometria 3D, E.max controle
 Figura 11 – Perfilometria 3D, grupo E.HF20s
 Figura 12 – Perfilometria 3D, grupo E.HF20ss
 Figura 13 – Perfilometria 3D, grupo E.HF60s
 Figura 14 – Perfilometria 3D, grupo EHF60ss



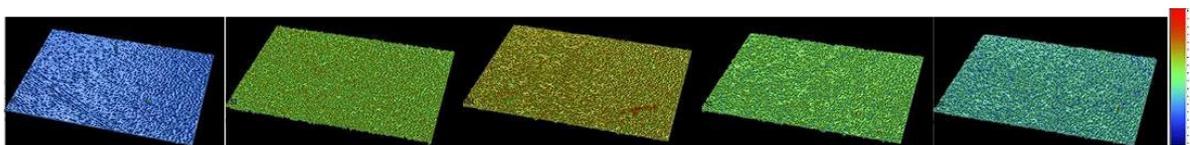
Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 15 – Perfilometria 3D, Empress sem tratamento
 Figura 16 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF20s
 Figura 17 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF20ss
 Figura 18 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF60s
 Figura 19 – Perfilometria 3D, grupo Em. HF60ss



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 20 – Perfilometria 3D, Enamic sem tratamento
 Figura 21 – Perfilometria 3D, grupo En. HF20s
 Figura 22 – Perfilometria 3D, grupo En.HF20ss
 Figura 23 – Perfilometria 3D, grupo En.HF60s
 Figura 24 – Perfilometria 3D, grupo En.HF60ss



Fonte: elaborado pela autora (2022).

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Nas imagens em MEV-FEG dos espécimes E.max, Empress cad e Enamic, sem tratamento de superfície (Figuras 25, 31 e 37) 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 menos deformações.

Nas imagens dos grupos E.HF20ss, Em.HF20ss e En.HF20ss, podemos evidenciar a ação do HF pela dissolução considerável da matriz vítrea (Figuras 26, 33 e 39). Os grupos E.M, En.M e Em.M, representados nas figuras 30, 36 e 42 geraram imagens diferentes entre as amostras, 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, sendo mais evidente nos grupos com aplicação do ácido por 60s. Ressalta-se que após a aplicação do Silano a superfície, mesmo com a aplicação do HF, torna-se mais homogênea.

Nota-se diferença entre as imagens quando há aplicação de silano e quando não há, visto que o Silano promove uma superfície mais homogênea e regular, devido sua molhabilidade por toda superfície.

Figura 25 – E.max sem tratamento de superfície

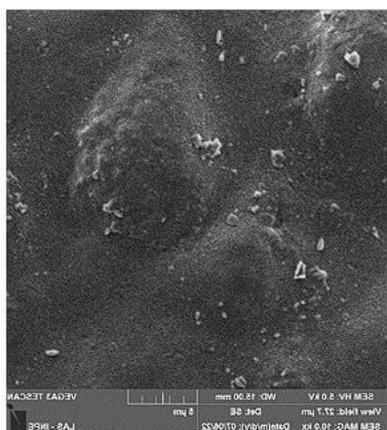


Figura 26 – E.max com Ácido Fluorídrico 5% por 20s

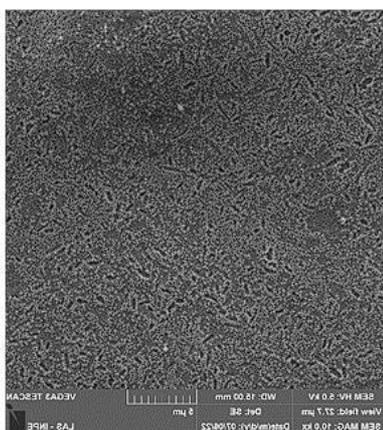
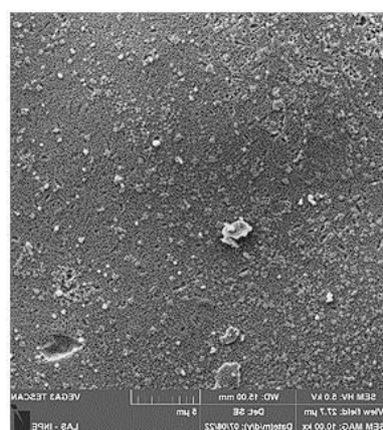


Figura 27 – E.max com Ácido Fluorídrico 5% por 20s + Silano



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 28 – E.max com
Ácido Fluorídrico 5% por
60s

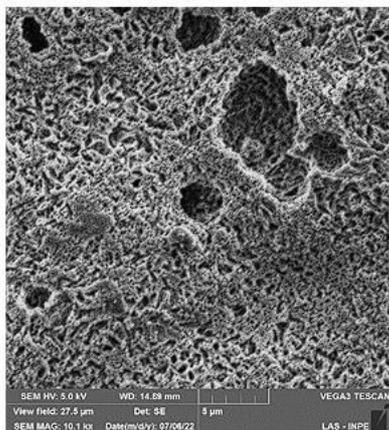


Figura 29 – E.max com
Ácido Fluorídrico 5% por
60s + Silano

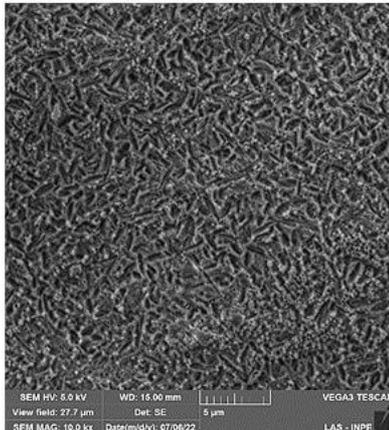
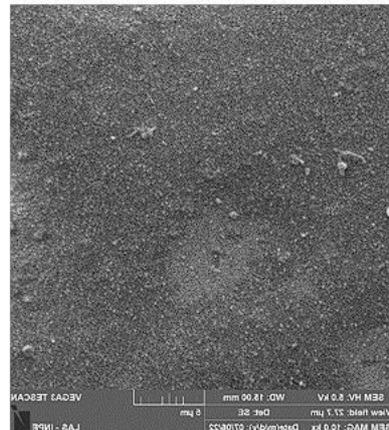


Figura 30 – E.max com
Mep



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 31 – Enamic sem
tratamento de superfície

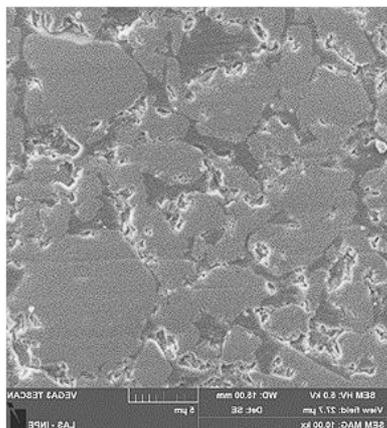


Figura 32 – Enamic com
Ácido Fluorídrico 5% por
20s

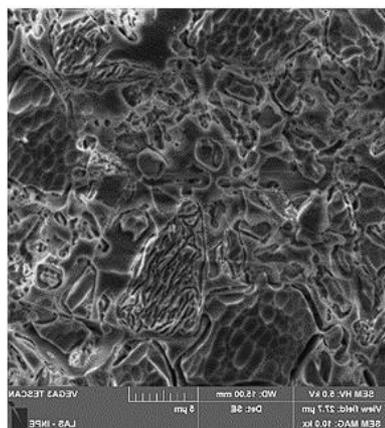
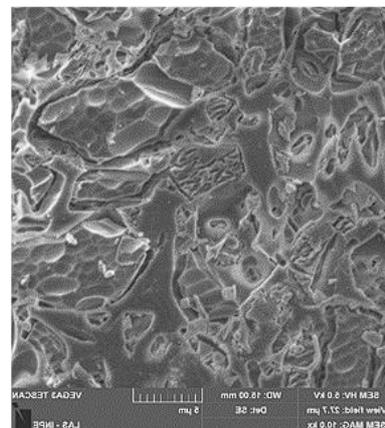


Figura 33 – Enamic com
Ácido Fluorídrico 5% por
20s + Silano



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 34 – Enamic com
Ácido Fluorídrico 5% por
60s

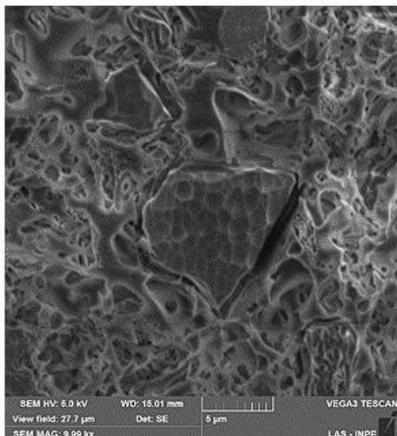


Figura 35 – Enamic com
Ácido Fluorídrico 5% por
60s + Silano

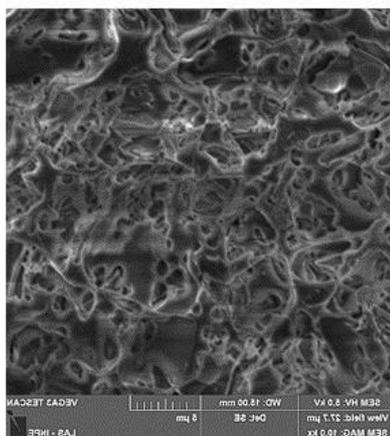
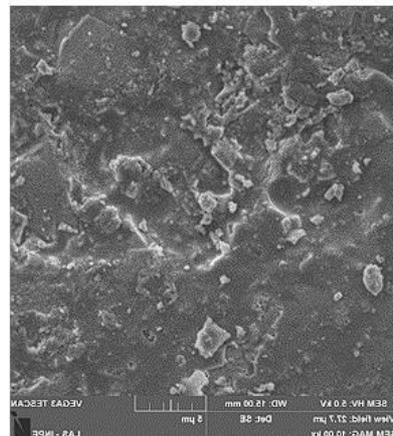


Figura 36 – Enamic com
Mep



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 37 – Empress sem
tratamento de superfície

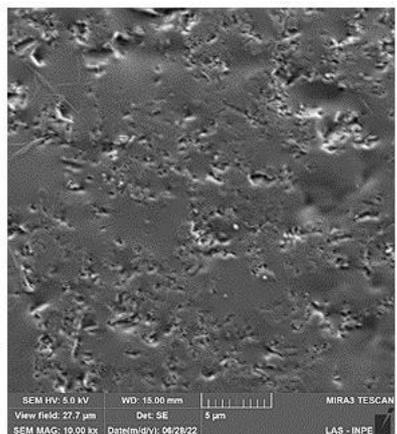


Figura 38 – Empress com
Ácido Fluorídrico 5% por
20s

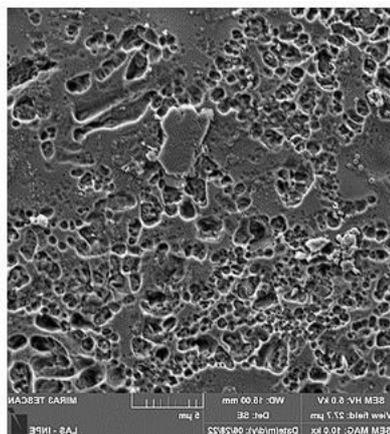
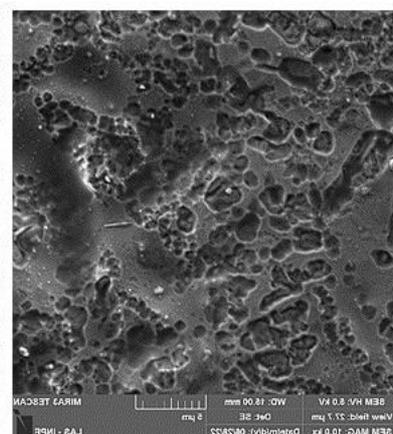


Figura 39 – Empress com
Ácido Fluorídrico 5% por
20s + Silano



Fonte: elaborado pela autora (2022).

Figura 40 – Empres com
Ácido Fluorídrico 5% por
60s

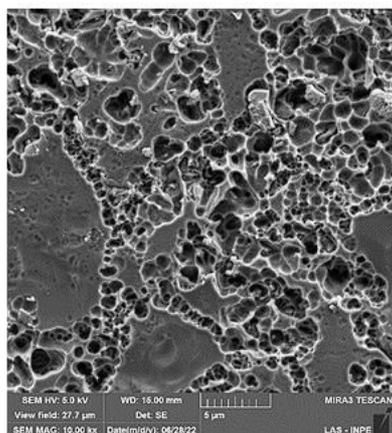


Figura 41 – Empres com
Ácido Fluorídrico 5% por
60s + Silano

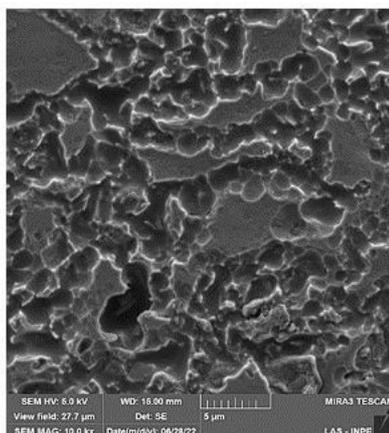
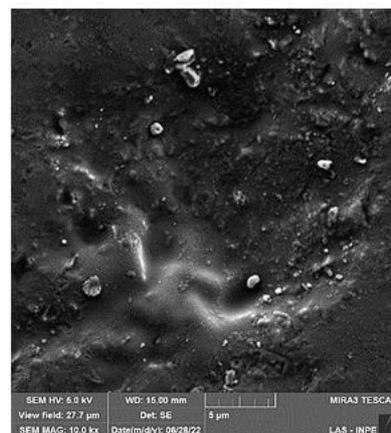


Figura 42 – Empres com
Mep



Fonte: elaborado pela autora (2022).

5.3 ESPECTOMETRIA POR ENERGIA DISPERSIVA

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

Tabela 3 – EDS E.max CAD

	O	AL	C	NA	Si
E.C	45,7	6,5	0,4	5.4	43,7
E.HF20 + S	43.4	2.6	0,4	5.4	48,8
E.HF20	41.4	2.9	0,4	5.9	47.9
E.HF60	48,6	6,5	0,4	5.8	40,6
E.HF60 + S	48.5	6.9	0,4	6.0	39.8
E.M	37,6	13,9	0,4	6,0	36,0

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 4 – EDS Empress CAD

	O	AL	C	NA	Si
E.C	42.4	9.8	13.0	3.5	31.3
E.HF20 + S	38.4	5.2	29.9	3.3	23.2
E.HF20	42.2	8.5	16.0	4.5	28.8
E.HF60	42.4	9.7	9.4	4.6	33.9
E.HF60 + S	38.7	5.7	26.2	3.5	25.9
E.M	41.8	8.5	17.0	4.2	28.5

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 5 – EDS Enamic CAD

	O	AL	C	NA	Si
E.C	58.4	5.0	0,4	3.3	9.9
E.HF20 + S	38.6	4.3	43.9	2.4	10.9
E.HF20	35,8	4.0	42.5	2.3	10.8
E.HF60	33.9	3.4	51.7	1.8	9.1
E.HF60 + S	36.2	3.0	50,2	1.8	8.8
E.M	44.9	2.5	41.3	2.0	9.3

Fonte: elaborado pela autora.

5.4 RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL

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

Tabela 6 – Resultados da resistência à flexão biaxial

Grupos	N	Média + Desvio padrão (MPa)	Tukey	(m) Weibull	σ (MPa)	IC 95%
ENAMIC MONOBOND	15	1306 ± 143,3	A	10,17	1369,17	1533,26 - 1205,09
ENAMIC HF 5% + Sil 20s	14	1246 ± 207,7	AB	6,39	1335,61	1801,13 - 870,08
ENAMIC HF 5% + Sil 60s	14	1240 ± 161	AB	8,03	1313,86	1481,84 - 1145,89
EMPRESS MONOBOND	15	1207 ± 117,8	BCD	10,48	1158,46	1372,19 - 944,73
EMPRESS HF 5% + Sil 20s	14	1107 ± 201,3	ABC	6,12	1325,15	1882,84 - 767,46
EMPRESS HF 5% + Sil 60s	15	954 ± 140,4	D	7,95	1006,37	1259,82 - 752,91
EMAX MONOBOND	15	1112 ± 173,5	BCD	7,02	1185,95	1437,90 - 934,00
EMAX HF 5% + Sil 20s	13	1027 ± 250,9	CD	4,03	1135,82	1254,32 - 1017,31
EMAX HF 5% + Sil 60s	14	1074 ± 184	BCD	6,13	1154,34	1501,15 - 807,52

Fonte: elaborado pela autora (2022).

Diante dos dados expostos e analisados, permite-se afirmar que nos materiais apresentados, E.max, Empress Cad e Enamic, o tratamento de superfície influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial. A análise dos dados, permite afirmar que todos os grupos possuíram resultados satisfatórios e elevados com o tratamento de superfície envolvendo o Monobond. Para o Emax houve semelhança entre o grupo HF60 e M; já para o Enamic, houve semelhança entre os grupos HF20 e HF 60, visto que o grupo M se sobressaiu entre eles; e por fim, para o Empress, houve semelhança estatística para HF 20 e M, e para HF 60 e M.

6 DISCUSSÃO

Com a utilização rotineira de cerâmicas odontológicas nos consultórios, faz-se necessário aprimorar o conhecimento sobre o desempenho mecânico desses materiais, afim de termos melhor prognóstico nos tratamentos indicados. Sendo assim, o objetivo do presente estudo foi verificar qual o impacto do tratamento de superfície realizado no material cerâmico na resistência à flexão biaxial e a rugosidade superficial de cada um, visto que sua efetividade pode variar de acordo com a técnica empregada. As amostras foram submetidas à cimentação ao G10, para simular a dentina e à ciclagem mecânica com intuito de simular as cargas mastigatórias, para então avaliar o efeito do envelhecimento mecânico na resistência dos materiais.

A primeira hipótese do trabalho, é que de fato, o tratamento de superfície, independente de qual seja o protocolo eleito, altera a rugosidade superficial dos materiais. Afim de melhorar a adesão, é fundamental que haja alterações topográficas provocadas a partir do tratamento de superfície, de modo a facilitar o imbricamento micromecânico e químico entre o material cerâmico e o cimento resinoso (SCHERER et al.,2018). O condicionamento realizado com HF proporciona uma superfície mais porosa e irregular, com maior degradação da matriz vitrocerâmica.

Naves et al. (2010) condicionou com HF por mínimo de 10s e máximo de 120 s cerâmica vítrea e foi visto que irregularidades excessivas da superfície cerâmica podem provocar alterações que não serão preenchidas pelo cimento, tornando-se áreas frágeis para adesão e causando danos a estrutura cerâmica. Foi demonstrado que, independentemente do material cerâmico, é necessário um tempo mínimo de ataque de 15s com 5% ou 9% de HF para atingir a maior resistência de união ao cisalhamento (STRAFACE et al, 2019) e tempo de ataque superior a 60 s, geralmente diminuem a capacidade de união (NAVES et al., 2010). Sendo assim, a presente pesquisa começa os testes com 20s e finaliza com 60s.

Barchetta et al. (2019) encontrou maiores valores de resistência à flexão quando foram aplicados tempos aumentados de condicionamento ácido HF (40 e 60 segundos). A presença de uma camada de cimento teve um efeito positivo para 20 segundos de ataque ácido e um efeito geral quando todos os valores de resistência foram comparados. É esperada uma superfície cerâmica com alterações mais pronunciadas após maiores tempos de ataque ácido, uma vez que outros estudos

mostraram esse fenômeno para vitrocerâmicas (BARCHETTA et al., 2019; SCHERER et al., 2018).

O ácido fluorídrico seguido da aplicação de silano apresentou o melhor desempenho à fadiga, mas o monobond eatch and prime mostrou resultados promissores em termos de fadiga (SCHERER et al., 2018). O presente trabalho mostrou significativo potencial do monobond eatch and prime para promover alterações na superfície cerâmica, capaz de remover parte da matriz vítrea e degradação dos cristais do dissilicato de lítio. Porém, seu uso ainda é menos agressivo que com a utilização do HF (MURILLO-GÓMEZ F. et al. 2018; SCHERER et al., 2018). Para os grupos condicionados, as imagens mostram canais maiores e mais profundos para condicionamento ácido HF em comparação com MEP.

O mecanismo de ação do MEP é primeiramente baseado em uma interação do polifluoreto de amônio com a superfície cerâmica limpa para obter uma superfície cerâmica áspera, que aumenta a área de superfície e permite o imbricamento micromecânico (EL-DAMANHOURYA e GAINANTZOPOULOU, 2018; SCHERER et al., 2018). No presente estudo, é possível observar a partir do teste de perfilometria, que o aspecto do material cerâmico Emax, com aplicação de MEP tem valores superior para a rugosidade superficial.

Os grupos condicionados com MEP geraram resultados de imagens com maior homogeneidade. Já para os grupos HF, sendo 20 ou 60s, evidenciou irregularidades na superfície, decorrente da ação de dissolução destes materiais, sendo mais evidente nos grupos de maior tempo de aplicação do ácido. Ressalta-se que após a aplicação do Silano a superfície, mesmo com a aplicação do HF torna-se mais homogênea. A aplicação de cimento sobre o silano também proporcionou melhor infiltração nas irregularidades criadas nas superfícies condicionadas, independentemente do tempo de condicionamento (NAVES et al., 2010). No trabalho de Xiaoping et al. (2014), observou-se que o maior tempo de condicionamento de uma cerâmica vítrea, levou a diminuição da resistência à flexão desta cerâmica, mas quando o cimento resinoso, utilizado como agente cimentante é aplicado, promove um aumento da resistência a flexão da cerâmica, com o aumento do tempo de condicionamento.

Sundfeld et al. (2016) avaliaram diferentes concentrações de HF no dissilicato de lítio, observaram que o HF 5% obteve resistência menor em comparação ao 10%,

pois o de 5% remove menor quantidade de fase vítrea, enquanto o presente estudo não apresentou diferenças significativas.

A utilização de MEP, demonstra ser uma importante alternativa para obter valores de resistência de união adequados, visto que a rugosidade superficial dos grupos MEP foi maior do que comparado ao grupo HF (DÖNMEZ et al., 2018). Apesar de apresentar uma carga de falha por fadiga menor em comparação ao HF, o MEP demonstra ser uma boa alternativa ao condicionamento vitrocerâmico, por apresentar menor toxicidade, técnica simplificada (MURILLO GÓMEZ E DE GÓES, 2019; SCHERER et al., 2018). Recomenda-se que mais investigações sejam realizadas (SCHERER et al., 2018), mas os primers cerâmicos simplificados são promissores, pois demonstram eficácia e economizam mais tempo do que os procedimentos padrões (MURILLO GÓMEZ E DE GÓES, 2019).

Straface et al. (2019) recomendam condicionar uma cerâmica infiltrada por polímero por 30 a 60 segundos para obter a maior resistência de união. Enquanto no presente trabalho, para o Enamic houve semelhança entre os grupos HF20 e HF 60, e o grupo M se sobressaiu entre eles. A morfologia da microestrutura desta cerâmica híbrida também se apresentou com textura favorável ao imbricamento micromecânico, assim como as outras vitrocerâmicas. Entretanto a exposição da matriz polimérica, pode representar um aumento da resistência adesiva entre esta cerâmica e o cimento resinoso, devido a semelhança química entre a matriz polimérica e o agente cimentante resinoso. Na literatura, existem poucos relatos sobre este material, devido ao seu recente lançamento comercial.

Roman- Rodriguez et al. (2017) avaliaram a resistência de união de um cimento resinoso ao dissilicato de lítio relatando que não foi vista diferença significativa de valores entre amostras tratados com MEP e amostras condicionados com HF, resultados semelhantes aos de Siqueira et al. (2016). Em contraste, o estudo de El-Damanhoury e Gaintantzopoulou (2018) discorda de nossos resultados e dos outros estudos citados, pois os valores de resistência de união por eles obtidos foram significativamente maiores para o tratamento com ácido fluorídrico que para o tratamento com MEP.

O efeito do tratamento com ácido fluorídrico foi mais evidente na topografia da superfície condicionada, aumentando a rugosidade e poros. Já a superfície tratada com MEP mostrou um padrão de condicionamento menos perceptível e menos rugoso. Esses achados são semelhantes aos observados em outros estudos nos

quais foram encontradas características similares as desse estudo, com relação à superfície da cerâmica de dissilicato de lítio tratada com HF e MEP (Siqueira et al., 2016; Damanhoury, Gaintantzopoulou, 2018).

No presente estudo, observamos que, independentemente do tipo de tratamento de superfície empregado, eles possuem influência direta na rugosidade superficial do material cerâmico. Diante da flexão biaxial, o E.max, Enamic e Empress cad sofreram influência com o tipo de tratamento de superfície aplicado. No entanto, a aplicação de cargas axiais, o uso de amostras cerâmicas simplificadas (sem a geometria complexa dos dentes), o material análogo de dentina empregado como substituto de um substrato dentário deve ser considerado como limitação do presente estudo.

7 CONCLUSÃO

Diante do presente estudo, pôde-se concluir que:

- O tratamento de superfície interfere na rugosidade de todas as cerâmicas envolvidas;
- A flexão biaxial sofreu alterações diante do tratamento de superfície empregado em cada material cerâmico;
- O monobond etch and prime é uma satisfatória alternativa de condicionamento vitrocerâmico, pois apresenta baixa toxicidade e é uma técnica clínica simplificada que apresenta alterações topográficas sem a necessidade de ácido HF em sua composição.

REFERÊNCIAS

- ALBERO, A.; PASCUAL, A.; CAMPS, I.; GRAU-BENITEZ, M. Comparative characterization of a novel cad-cam polymer-infiltrated-ceramic-network. **Journal of clinical and experimental dentistry**, v. 7, n. 4, p. 495-500, Oct., 2015.
- AMARAL, M.; PEREIRA, G.; CAMPOS, T.; YU ZHANG BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F.; MELO, R. M. M. Effects of two grading techniques of zirconia material on the fatigue limit of full-contour 3-unit fixed dental prostheses. **Dental Materials**, v. 33, n. 4, p. 155-164, Apr., 2017.
- AWADA, A.; NATHANSON, D.; Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 114, n. 4, p. 587-593, Oct. 2015.
- BARCHETTA, N. F.; AMARAL, M.; PROCHNOW, C.; RODRIGUES, F. P.; BOTTINO, M. A.; VALANDO, L. F.; DE MELO, R. M.; Strength of a Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramic: Acid-Etching Time and Resin Cement Application Effects. **International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry**, v. 39, n. 3, 2019.
- BOTTINO, M. A.; CAMPOS, F.; RAMOS, N. C.; RIPPE, M. P.; VALANDRO, L. F.; MELO, R. M. Inlays Made From a Hybrid Material: Adaption and Bond Strengths. **Operative dentistry**, v. 40, n. 3, p. 83-91, 2015.
- COLDEA, A.; SWAIN, M.V.; THIEL, N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. **Dental Materials**, v. 29, n. 4, p. 419-26, Apr. 2013.
- DE SOUZA CARVALHO, C.; DE ASSOS, F. S.; ROSA, A.; SILVA, A. T. C.; GUIRALDO, R. D.; TONETTO, M. R. Repair Techniques in CAD/CAM System Ceramics: a Literature Review. **Journal of Health Sciences**, v. 24, n. 1, p. 12-16, 2022.
- DINIZ, V. **Durabilidade de união e carga cíclica para falha do silicato de lítio reforçado por zircônia após cimentação adesiva**. 2018. Dissertação de Mestrado. ICT-UNESP. São Paulo, 2018.
- DÖNMEZ, M.B.; YUCEL, M. T; KILIC, I. OKUTAN, Y. Novel ceramic primer vs. conventional treatment methods: Effects on roughness and bond strength of all-ceramic restorations. **American Journal of Dentistry**, v. 31, n. 5, p. 249-252, 2018.
- ELSAKA S, E.; Repair bond strength of resin composite to a novel CAD/CAM hybrid ceramic using different repair systems. **Dental Materials**, v. 34, n. 2, p. 161-7, 2015.
- EL-DAMANHOURY, H. M.; GAINANTZOPOULOU, M. D.; Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. **Journal of prosthodontic research**, v. 62, n. 1, p. 75-83, 2018.

GUNDOGDU, M.; ALAGAD, L.; Effect of adhesive resin cements on bond strength of ceramic core materials to dentin. **Nigerian journal of clinical practice**, v. 21, n. 1, p. 367-74. 2018.

LAWSON N. C.; BURGESS, J. O.; Gloss and Stain Resistance of Ceramic-Polymer CAD/CAM Restorative Blocks. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 28, p. 40-45, 2016.

LEUNG, B. T.; TSOI, J. K.; MATINLINNA, J. P.; POW, E. H. Comparison of mechanical properties of three machinable ceramics with an experimental fluorophlogopite glass ceramic. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 114, n. 3, p. 440-446, Sep. 2015.

MENEES, T. S.; LAWSON, N. C.; BECK, P. R.; BURGESS, J. O. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 112, n. 5, p. 1164-1170, 2014.

MORENO, M. B. P.; MURILLO-GÓMEZ, DE GOÉS, M. F. Physicochemical and morphological characterization of a glass ceramic treated with different ceramic primers an post-silanization protocols. **Dental Materials**, v. 35, n. 8, p. 1073-1081, 2019.

MURILLO-GÓMEZ, F.; DE GOÉS, M. F.; Effect of different silane treatments on long-term bonding between non-etched glass-ceramic and resin cement. **International Journal of Dentistry**, v. 2, n. 19, p. 33-46, 2017.

MURILLO-GÓMEZ, F.; DE GOÉS, M. F.; Bonding effectiveness of tooth-colored materials to resin cement provided by self-etching silane primer after short- and long-term storage. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 21, n. 4, p. 713-e1, Mar. 2019.

MURILLO-GÓMEZ, F.; PALMA-DIBB, R. G.; DE GOÉS, M. F. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. **Dental Materials**, v. 34, p. 6, p. 944-955, 2018.

MURILLO-GÓMEZ, F.; WANDERLEY, R. B.; DE GOÉS, M. F. Impact of silane-containing universal adhesive on the biaxial flexural strength of a resin cement/glass-ceramic system. **Operative Dentistry**, v. 44, n. 2, p. 200-209, 2018.

NAVES, L. Z.; SOARES, C. J.; MORAES, R. D.; GONÇALVES, L. S.; SINHORETI, M. A. C.; CORRER-SOBRINHO, L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. **Operative dentistry**, v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.

OTTONI, R.; BORBA, M. Comportamento mecânico e clínico de próteses monolíticas à base de zircônia: revisão de literatura. **Cerâmica**, v. 64, p. 547-552, 2018.

PRADO, M.; PROCHNOW, C.; MARCHIONATTI, A. M. E.; BALDISSARA, P.; VALANDRO, L. F.; WANDSCHER, V. F. Ceramic Surface treatment with a single-component primer: resin adhesion to glass cermics. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 20, n. 2, p. 99-105, 2018.

ROMÁN-RODRIGUÉZ, J. L.; PEREZ-BARQUERO, J. A.; GONZALEZ-ÂNGULO, E.; FONS-FONT, A.; BUSTOS-SALVADOR, J. L. Bonding to silicate ceramics: Conventional technique compared with a simplified technique. **Journal of clinical and experimental dentistry**, v. 9, n. 3, p. 384, 2017.

SCHERER, M. M.; PROCHNOW, C.; VENTURINI, A. B.; PEREIRA, G. K. R.; DE LIMA BURGO, T. A.; RIPPE, M. P.; VALANDRO, L. F. Fatigue failure load of an adhesively-cemented lithium disilicate glass-ceramic: conventional ceramic etching vs etch & prime one-step primer. **Dental Materials**, v. 34, n. 8, p. 1134-1143, 2018.

SIQUEIRA, F. S.; ALESSI, R. S.; CÁRDENAS, A. F.; KOSE, C.; SC, S. P.; BANDECA, M. C.; LOGUERCIO, A. D.; GOMES, J. C. New Single-bottle Ceramic Primer: 6-month Case Report and Laboratory Performance. **The Journal of Contemporary Dental Practice**, v. 17, n. 12, p. 1033-1039, 2016.

STRAFACE, A.; RUPP, L.; GINTAUTE, A.; FISCHER, J.; ZITZMANN, N. U.; ROHR, N. HF etching of CAD/CAM materials: influence of HF concentration and etching time on shear bond strength. **Head & face medicine**, v. 15, n. 1, p. 1-10, 2019.

STRASSER, T.; PREIS, V.; BEHR, M.; ROSENTRITT, M. Roughness, surface energy and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment. **Clinical oral investigations**, v. 22, n. 8, p. 2787-2797, 2018.

SUNDFELD, D.; CORRER-SOBRINHO, L.; PINI, N. I. P.; COSTA, A. R.; SUNDFELD, R. H.; PFEIFER, C. S.; MARTINS, L. R. M. The effect of hydrofluoric acid concentration and heat on the bonding to lithium disilicate glass ceramic. **Brazilian Dental Journal**, v. 27, n. 6, p. 727-33, 2016.

TRIBST, J. P. M.; MONTEIRO, J. B.; VENTURINI, A. B.; PEREIRA, G. K. R.; BOTTINO, M. A.; MELO, R. D.; VALANDRO, L. F. Fatigue Faikure load of resin-bonded simplified lithium disilicate glass-cermic restorations: effect of ceramic conditioning methods. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 21, n. 4, 2019.

TUZZOLO NETO, H.; NASCIMENTO, W. F. D.; ERLY, L.; RIBEIRO, R. A.; BARBOSA, J. D. S.; ZAMBRANA, J. M.; RAIMUNDO, L. B.; MENDES, C. D. S.; SILVA, I. P. D.; MESQUITA, A. M. M.; SALGADO, D. M. R. D. A. Laminated Veneers with Stratified Feldspathic Ceramics. **Case Reports In Dentistry**, p. 1-6. 2018.

VILLEFORT, R. F.; AMARAL, M.; PEREIRA, G. K. R.; CAMPOS, T. M. B.; ZHANG, Y.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F.; DE MELO, R. M. Effect of two grading techniques of zirconia material on the fatigue limit of full-contour 3-unit fixed dental prostheses. **Dental Materials**, n. 33, n. 4., p. 155-164, 2017.

WENDLER, M.; STENGER, A.; RIPPER, J.; PRIEWICH, E.; BELLI, R.; LOHBAUER, U. Degradação mecânica de materiais compósitos de resina CAD/CAM contemporâneos após envelhecimento em água. **Dental Materials**, v. 37, n. 7, p. 1156-1167, 2021.

WEITZEL, I. S.; RANGEL, J. H.; PERIM, M. P.; MELO, R. M.; BORGES, A. L.; SILVA-CONCILIO, L. R.; AMARAL, M. Mechanical performance of monolithic materials cemented to a dentin-like substrate. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 123, n. 5, p. 753-e1, 2020.

WINTER, A.; SCHURIG, A.; RASCHE, E.; RÖSNER, F.; KANUS, L.; SCHMITTER, M. The flexural strength of CAD/CAM polymer crowns and the effect artificial ageing on the fracture resistance of CAD/CAM polymer and single crowns. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 31, n. 1, p. 1-8.

XIAOPING L.; DONGFENG, R.; SILIKAS, N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. **Dental Materials**, v. 30, p. 330-336, 2014.