

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

FILIPPE MELO CASTRO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL DE MATERIAIS
REFORÇADOS SUBMETIDOS A DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Juiz de Fora

2018

FILIPPE MELO CASTRO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL DE MATERIAIS
REFORÇADOS SUBMETIDOS A DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

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

Orientador: Prof^a Dra. Fabíola Pessoa Pereira Leite

Juiz de Fora

2018

FILIPPE MELO CASTRO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAIXIAL DE MATERIAIS
REFORÇADOS SUBMETIDOS A DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

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

Aprovada em: ___/___/_____

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. 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/ Campus GV

Prof. Dr. Leonardo Gonçalves Cunha
Universidade Federal da Bahia - UFBA

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por tornar esse sonho possível, por todos os dias me dar força para vencer meus desafios, mas principalmente por tudo que ele me proporcionou, como minha família, amigos, saúde entre outros.

Agradeço a minha família por toda força e apoio, principalmente minha mãe Edna por ter e estar sempre me apoiando, por ser uma pessoa extraordinária, por ter feito de tudo e mais um pouco para que hoje eu possa ter a oportunidade de chegar onde estou chegando e mais do que isso agradeço a minha mãe por ela ter me proporcionado a melhor vida que um filho poderia ter.

Agradeço a minha namorada Isabela por toda paciência, compreensão, carinho e incentivo em uma etapa difícil porém superada.

Agradeço a minha eterna orientadora Fabiola por ter me aberto tantas portas e ter sido um impulso grande na minha vida profissional, por estar sempre disposta a me ajudar e fazer o melhor para minha vida profissional e acadêmica.

Agradeço aos colegas que contribuíram para essa pesquisa como Rafael Spinelli que me ajudou a crescer a cada dia na grande jornada da pesquisa, que teve paciência e boa vontade em sempre ajudar. Agradeço ao Jean, Ronaldo, professor Estevão e a UNESP em geral por toda ajuda no desenvolvimento do trabalho e pela paciência em ensinar toda a metodologia.

Agradeço aos colegas Arthur e Breno pela ajuda proporcionada durante toda a pesquisa e na elaboração do projeto.

Agradeço ao João Paulo por toda ajuda e trabalho espetacular executado no INPE

Agradeço ao meu pai por todo ensinamento deixado em vida, por todas as oportunidades geradas e pelo fato de ter moldado meu caráter de forma exemplar. Essa é uma vitória que sempre será comemorada com ele em meu coração pois sem ele nada disso seria possível.

Agraço eternamente ao colégio de aplicação João 23 que é o grande responsável pelas minhas amizades e pela formação do meu caráter pois graças aos diversos professores eu tive a oportunidade de crescer como pessoa e aprender a querer cada dia mais aprender cada vez mais para poder retribuir para a sociedade tudo que me foi permitido.

Agradeço a UFJF por ter sido uma casa por tantos anos e ter me proporcionado muita felicidade durante todo o período que estudei nessa instituição. Sou e sempre serei grato por tudo.

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo, avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial de cerâmicas híbridas submetidas ao estresse por fadiga mecânica. Foram obtidas amostras em formato de disco de 12 milímetros de diâmetro por 1,2 milímetro de espessura à partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar-vivadent) e cerâmicas híbridas (Enamic, VITA; Lava ultimate, 3M ESPE). Cada material recebeu 4 tratamentos de superfície (n=15): Ácido fluorídrico 10% e silano (HF); Jateamento com óxido de alumínio 50µm e silano (O); Jateamento com Rocotec® 30µm e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares. O IPS.e.max CAD (E), Vita enamic (V) e lava ultimate (L) receberam o cimento resinoso relyX u200 (3M ESPE) após cada tratamento de superfície e foram submetidos ao ensaio de ciclagem mecânica por $1,0 \times 10^6$ ciclos e posteriormente ao teste de flexão biaxial (ISO 6872) imerso em água. As amostras designadas as análises qualitativas foram submetidas à Perfilometria óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS). Os dados obtidos nesse estudo foram submetidos ao modelo estatístico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparação múltipla de Tukey. Os testes demonstraram diferença estatisticamente significativa na resistência à flexão biaxial nos materiais IPS.e.max e Lava ultimate ($P < 0,05$) e na rugosidade superficial de todos os materiais com exceção do grupo VM.

Palavras chave: Resina nano cerâmica, material CAD/CAM, dissilicato de lítio, cerâmica infiltrada por polímero

ABSTRACT

The present work had the objective of evaluating the influence of surface treatment on the biaxial flexural strength of hybrid ceramics subjected to mechanical fatigue stress. Samples of 12 mm diameter disk by 1.2 mm thickness were obtained from lithium disilicate ceramic blocks (IPS e.max CAD, ivoclar-vivadent) and hybrid ceramics (Enamic, VITA, Lava ultimate, 3M ESPE). Each material received 4 surface treatments (n = 15): 10% hydrofluoric acid and silane (HF); Blasting with 50µm aluminum oxide and silane (O); Blasting with Rocatec® 30µm and silane (R); and application of Monobond Etch & Prime (M). In addition, three samples were included in each group for the purpose of complementary qualitative analyzes. The IPS.e.max CAD (E), Vita enamic (V) and ultimate lava (L) were fed the resin X resin (3M ESPE) after each surface treatment and were subjected to the mechanical cycling test for 1.0×10^6 cycles and subsequently to the biaxial flexion test (ISO 6872) immersed in water. The samples designated the qualitative analyzes were submitted to optical profilometry, scanning electron microscopy (SEM) and dispersive energy dispersive X-ray (EDX). The data obtained in this study were submitted to the statistical analysis of variance (ANOVA) and to the multiple comparison test of turkey. The tests showed a statistically significant difference in biaxial flexural strength in the IPS.e.max and Lava ultimate materials ($P < 0.05$) and in the surface roughness of all materials except the VM group.

Keywords: Resin nano ceramic, CAD/CAM material, lithium disilicate, Polymer infiltrated ceramic

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Máquina de corte ISOMET 1000

Figura 2: Bloco arredondado em processo de corte em disco

Figura 3: Formato da amostra

Figura 4: Diâmetro do disco

Figura 5: Espessura do disco

Figura 6: Delineamento dos grupos

Figura 7: Simuladora de fadiga Erios modelo ER 11000

Figura 8: Perfilômetro ótico

Figura 9: Microscópio eletrônico de varredura

LISTA DE TABELAS

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

.

LISTA DE ABREVIATURAS

E	IPS.Emax
V	Vita Enamic
L	Lava Ultimate
HF	Ácido fluorídrico
O	Tratamento de superfície com óxido de alumínio e silano
R	Tratamento de superfície com Rocatec e silano
M	Tratamento de superfície com Monobond etch & prime
C	Grupo controle
%	Porcentagem
Min	Minutos
ROC	Rocatec
AL₂O₃	Oxido de alumínio
ME&P	Monobond Etch and Prime
MPA	Milipascal
°C	Grau Celsius
HZ	Hertz
ZR	Zircônio
O	Oxigênio
AL	Alumínio
C	Carbono
NA	Sódio
Si	Silício
K	Potássio

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
2. PROPOSIÇÃO	15
3. MATERIAIS E MÉTODOS	16
3.1 Materiais utilizados	16
3.2 Obtenção das amostra	17
3.3 Delineamento dos grupos	19
3.4 Cimentação das amostras	21
3.5 Ensaio	21
3.5.1 Fadiga mecânica	21
3.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial	22
3.6 Análises complementares	23
3.6.1 Perfilometria optica	23
3.6.2 Microscopia eletrônica de Varredura	24
3.6.3 Microscopia e espectrometria Por energia dispersiva	25
3.7 Análises estatísticas	26
4. Artigo	27
5. Considerações Finais	51
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	52

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas e suas diversas modificações ao longo dos anos desempenham papel de destaque na reabilitação protética de pacientes devido suas propriedades químicas e mecânicas, além de seus aspectos biomiméticos e biocompatíveis (ALSADON et al., 2017; AKAZAWA et al., 2017).

Em uma era demarcada pela evolução da tecnologia, foi possível introduzir na prática odontológica a melhoria dos materiais dentários, dentre eles a produção computadorizada de restaurações, que são obtidas por *softwares* do sistema CAD (*computer aided design*) e fresadas pela usinagem CAM (*computer aided manufacturing*) - CAD/CAM, acoplando qualidades essenciais, planejamentos previsíveis e maior longevidade das restaurações (WILDGOOSE, et al., 2004; LIU e ESSIG, 2008; MAZARO et al., 2016).

As restaurações podem ser fresadas utilizando materiais cerâmicos (feldspato, leucita, lítio, zircônia e alumina) (Li *et al.*, 2014) e Materiais híbridos (resina nanocerâmica e cerâmica infiltrada por polímero) (Chen *et al.*, 2014).

No grupo das cerâmicas, destaca-se o sistema IPS E.max (Ivoclar, Vivadent), uma a cerâmica vítrea de di-silicato de lítio que tem demonstrado a capacidade de reproduzir a naturalidade da estrutura dentária (CLAVIJO et al., 2007), devido as características de transparência e translucidez, que aumentam os resultados estéticos, e como consequência apresentam boa estabilidade de cor no meio oral (FIGUEROA et al. 2014). Apesar de todas as condições favoráveis das cerâmicas, como biocompatibilidade e aspectos biomiméticos, essas apresentam alta rigidez resultando em desgaste do antagonista, enquanto os compósitos são reconhecidos pela maciez e baixo desgaste do dente natural oposto à restauração (COLDEA *et al.*, 2013; DUARTE et al., 2016).

Os materiais híbridos, recentemente introduzidos no mercado, vieram com o intuito de se associar as características cerâmicas (alta estética, resistência ao desgaste, biocompatibilidade e estabilidade de cor) com os dos compósitos (comportamento viscoelástico e menor desgaste do arco oposto), melhorando as propriedades destes materiais. (Duarte *et al.*, 2016; Coldea *et al.*, 2013). Dentre estes materiais estão o Lava ultimate (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) considerado uma resina composta de partículas nanocerâmicas introduzidas em uma matriz de resina

reticulada (Duarte *et al.*, 2016; Chen *et al.*, 2014; Ruse e Sadoun, 2014) e Enamic (VITA Zahnfabrik, Bäd Sackingen, Alemanha), uma cerâmica infiltrada por polímero que consiste em uma rede cerâmica de feldspato infiltrada pela rede de polímeros de dimetacrilato (Chen *et al.*, 2014; Albero *et al.*, 2015; Della Bona *et al.*, 2014).

O Lava Ultimate (3M ESPE, St Paul, MN EUA) é apresentado como um bloco de polímero compatível ao sistema CAD/CAM onde sua polimerização ocorre sob alta temperatura e pressão, levando a um maior grau de conversão e com isso há uma melhora das propriedades mecânicas, quando comparado as resinas polimerizadas diretamente na boca do paciente. Em se tratando de propriedades mecânicas e ópticas, bem como seu menor efeito abrasivo sobre os dentes antagonistas, os blocos de resina polimérica podem então serem considerados como materiais alternativos às cerâmicas dentárias (Alharbi *et al.*, 2015)

O Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) é obtido pela infiltração de um polímero de uretano em uma rede de cerâmica feldspática pré-sinterizada e reforçada por óxidos, que compreende 86% do material em peso. Esta combinação de duas fases (resina-cerâmica) confere um mecanismo de reforço ao material e melhora das propriedades mecânicas (Della Bona *et al.*, 2014). Em função de um módulo de elasticidade similar à dentina, é esperado um comportamento biomecânico mais semelhante ao dente natural durante a distribuição de estresses da mastigação.

Diversos tipos de tratamento da superfície interna das restaurações cerâmicas têm sido propostos na literatura, sempre de acordo com a composição química e microestrutura do material cerâmico, visando produzir retenções micromecânicas que auxiliem no processo de adesão. Vários pesquisadores advogam que as maiores resistências de união foram encontradas usando uma combinação de condicionamento de superfície com ácido hidrófluorídrico e o uso de agentes de união silano, observando que a utilização dos agentes de união silano, associados ao condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 9,5% a 10% por 20 s., como tratamento superficial de cerâmicas a base de dissilicato de lítio, viabiliza uma boa resistência de união (Nagai *et al.*, 2005). Até o momento, sabe-se que o condicionamento das cerâmicas híbridas com ácido hidrófluorídrico à 5% durante 20 segundos gerou união às resinas muito menor do que à cerâmica de dissilicato de lítio (Bottino *et al.*, 2015).

Estudos apontam o jateamento com partículas de óxido de alumínio como um dos tratamentos de superfície para esses materiais, devido sua capacidade de aumentar mecanicamente a rugosidade, e conseqüentemente, a área de superfície da cerâmica, facilitando o embricamento micromecânico da resina (Wolfart *et al.*, 2007).

Pesquisas laboratoriais são de fundamental importância para se testar estes materiais e desenhar técnicas antes da aplicação clínica. Os resultados obtidos *in vitro* são úteis na orientação de protocolos que poderão ser utilizados nas mais diversas áreas da odontologia, em especial à proposta de materiais novos no mercado onde não há experiência clínica comprovada (Skupien, 2015).

Salienta-se que até o presente momento nenhum estudo avaliou a influência do tratamento de superfície na resistência mecânica das cerâmicas híbridas submetidas ao estresse por fadiga mecânica. Desta maneira, O objetivo geral do presente estudo foi avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial das cerâmicas híbridas após ser submetido a fadiga mecânica. As hipóteses testadas são: (1) - os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais; (2) - a resistência à flexão biaxial é influenciada por cada tratamento de superfície empregado; (3) - os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao teste de flexão biaxial, são dependentes de cada material cerâmico.

2 PROPOSIÇÃO

Objetivo geral:

O objetivo deste estudo é avaliar a influência do tratamento de superfície e da fadiga mecânica na resistência à flexão biaxial de cerâmicas infiltradas por polímero.

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

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

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material utilizado

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

Marca Comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote
LAVA Ultimate	Cerâmica infiltrada por polímero	3M ESPE	1716000547
Vita Enamic	Cerâmica infiltrada por polímero	Vita Zahnfabrik	41720
IPS E.max CAD	Dissilicato de Lítio	Ivoclar Vivadent	W04573
RelyX Ceramic Primer	Silano	3M ESPE	N822741
Óxido de alumínio – bio-arte	Pó de Óxido de alumínio 50 µm	Bio-arte	50390
Condac Porcelana	Ácido Hidrofluorídrico a 10%	FGM	171116
Rocatec Soft	Oxido de alumínio revestido por sílica	3M ESPE	1511007637
Cimento RelyX U200	Cimento resinoso Autocondicionante / Autoadesivo	3M ESPE	1712800139
Monobond etch and prime	Primer cerâmico	Ivoclar Vivadent	V09353

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

3.2 Obtenção das amostras

Foram obtidas duzentos e dezesseis amostras a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (e.max CAD, Ivoclar-vivadent) e cerâmicas híbridas (Enamic, VITA; Lava ultimate, 3M ESPE). Em cada bloco, foi colado em suas extremidades um dispositivo circular metálico a fim de arredondá-los até que cilindros de 12 mm de diâmetro fossem obtidos. Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com disco diamantado com velocidade de 300 rpm e refrigeração à água, foram cortados os cilindros em discos com as dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e 1,35 mm de espessura (Figuras 1 e 2). As amostras de IPS e.max CAD necessitaram de um ciclo de cristalização realizado em seu respectivo forno (Programat EP5000, IvoclarVivadent), de acordo com as recomendações de temperatura dada pelo fabricante. Posteriormente, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240, 400, 600 e 1200. De acordo com a norma ISO/CD 32 6872 as amostras obtiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura (Figuras 3, 4 e 5).



Figura 1 – ISOMET 1000

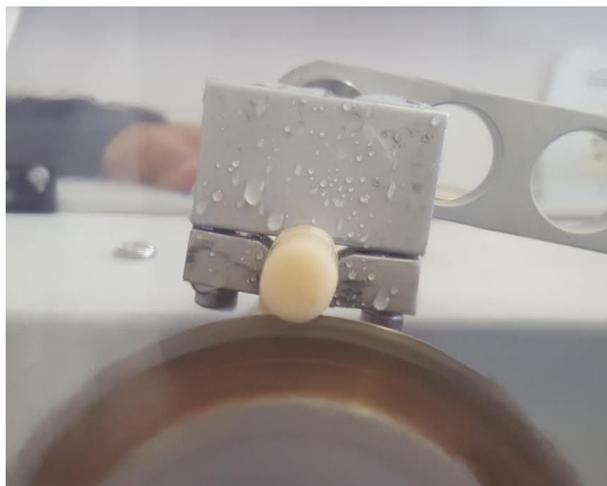


Figura 2 - Bloco arredondado em processo de corte em disco



Figura 3 – Disco Enamic



Figura 4 – Diâmetro do disco



Figura 5 – Espessura do disco

As amostras destinadas à caracterização microestrutural receberam uma sequência de polimento especial também em politriz sob refrigeração por tempo variável até que a superfície estivesse brilhante e não apresentasse riscos. As amostras foram subsequentemente armazenados durante 24 horas em água destilada a 37 ° C.

3.3 Delineamento dos grupos

Foram geradas 60 amostras de cada material: e.max CAD (E), VITA Enamic (V) e Lava ultimate (L). Cada material recebeu 4 tratamentos de superfície (n=15): Ácido fluorídrico 10% e silano (HF); Jateamento com Óxido de alumínio 50 μ m e silano (O); Jateamento com Rocatec® 30 μ m e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica.

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

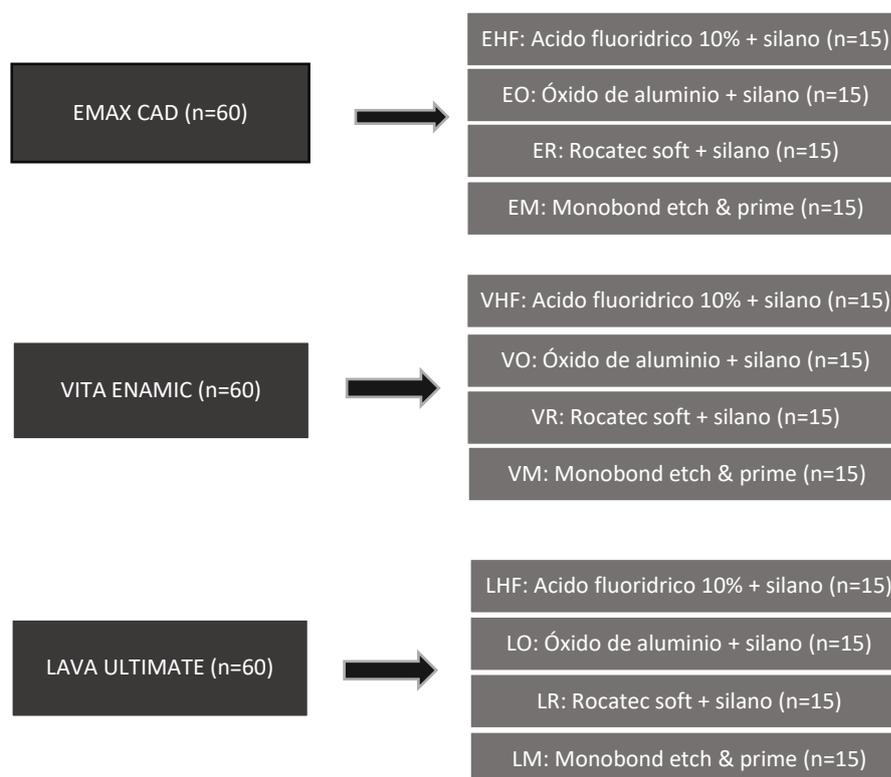


Figura 6 – Delineamento dos grupos

Os grupos EHF, VHF e LHF tiveram uma de suas faces submetidas a condicionamento de superfície com ácido fluorídrico 10% (FGM, Brasil), sendo condicionados por 20 segundos o EHF e 30 segundos VHF e LHF (tempo determinado pelo fabricante), e lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento. Em seguida foi aplicado 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

Os grupos EO, VO e LO receberam em uma de suas faces o jateamento com Óxido de alumínio (Bio-art, Brasil) utilizando um aparelho específico (Dento-Prep™, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10mm e a inclinação de 45°. A pressão exercida foi de 2.8 bar por 10s. Em seguida as amostras jateadas receberam 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60 segundos.

Os grupos ER, VR e LR receberam o jateamento com Rocatec® 30µm (3M ESPE, EUA) em uma de suas faces, utilizando um aparelho específico (Dento-Prep™, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10mm e a inclinação de 45°. A pressão exercida foi de 2.8 bar por 15s. Em seguida foi aplicado 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60 segundos.

Por fim, os grupos EM, VM e LM 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, em seguida aguardou-se 40 segundos para ação do material. As amostras foram lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento.

3.4 Cimentação das amostras

A cimentação foi realizada da mesma forma para todos os grupos teste. Foi utilizado o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE, EUA), manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido sobre o centro da superfície cerâmica e imediatamente coberto com uma tira transparente de poliéster e uma lâmina de vidro. Uma carga de 750g foi aplicada para que ocorresse o espalhamento e a regularização do cimento por toda superfície da cerâmica, utilizando dispositivo previamente confeccionado. Após a remoção do excesso de agente cimentante com um microbrush, o material foi fotoativado por 60s sobre a face das amostras sem o material e adicionalmente mais 60s em cada lado da interface adesiva utilizando o aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO (Ultradent, EUA) com intensidade de 1400mW/cm². Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24h.

3.5 Ensaio

3.5.1 Fadiga mecânica

Em uma máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo – SP, Brasil), as quinze amostras de cada grupo foram submetidos à ensaio de ciclagem mecânica. Esta máquina apresenta dez células de ciclagem, o que permite ciclar dez amostras simultaneamente, sob as mesmas condições (Figura 7).

Cada espécime foi submetido a um milhão de ciclos ($1,0 \times 10^6$), com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. A carga foi aplicada no centro das amostras (identificada por uma marcação realizada previamente com caneta de retroprojeto) por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm. A face onde a carga foi aplicada é a oposta à que recebeu os tratamentos de superfície. Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37°, sendo a temperatura controlada por um termostato contido no próprio equipamento. Para a fixação das amostras no equipamento foi utilizado um dispositivo metálico medindo 41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura sendo que em sua face superior possui três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872.



Figura 7 - ERIOS, Modelo: ER-11000 - Simulador de fadiga

3.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Cento e oitenta 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 Kg até o momento da fratura catastrófica da amostra. 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. 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 permanecesse 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.

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

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

Onde:

S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal

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

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

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

$$\text{Equação 5: } X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\left(\frac{1-\nu^2}{2} \right) \left(\frac{r_2}{r_3} \right) \right]$$

$$\text{Equação 6: } Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2$$

Onde:

ν = Razão de Poisson

r1 = Raio do círculo do suporte, em milímetros

r2 = Raio da área da carga, em milímetros

r3 = Raio da amostra, em milímetros

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

3.6 Análises complementares

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

3.6.1 Perfilometria

As amostras foram preparadas com o objetivo de se avaliar a morfologia de superfície. O Perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para

realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial (Figura 8).



Figura 8 – Perfilômetro óptico digital (LAS-INPE)

3.6.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foi realizado a limpeza das amostras com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. – Guarulhos - São Paulo) com o auxílio de uma escova dental (Sorriso - Colgate Palmolive Comercial Ltda. – São Bernardo do Campo – São Paulo). Em seguida, foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) durante oito minutos, seguido de limpeza com acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP. Taquaritinga – São Paulo) pelo mesmo tempo. As amostras foram secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e em então, posicionadas em uma plataforma de alumínio (*stub*) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono e em seguida foram metalizadas em metalizadora EMITECH SC7620, recebendo uma camada de 12 nm de 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 (Figura 9). Foi realizada a análise de superfície e quantificação do tamanho médio dos grãos, com aumento de 100x, 500x, 2000x e 10.000x.



Figura 9 - Microscópio eletrônico de varredura

3.6.4 Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Para a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico foi utilizada a análise em Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). Esta técnica é baseada na análise das energias características de Raios X emitidos por cada elemento que compõem a amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície 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 (modelo MIRA3) e utilizando o sistema EDS da OXFORD INSTRUMENTS (modelo X-MAX^N) com *software* AZtec Live. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área

mensurada da amostra (1mm²) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

3.7 Análises estatísticas

Para avaliar a influência do tratamento de superfície em diferentes cerâmicas na perfilometria, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA 1-fator), após ser considerada a distribuição dos resíduos. Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) para identificar onde houve diferença estatística.

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

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL DE MATERIAIS REFORÇADOS SUBMETIDOS A DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

1. INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas e suas diversas modificações ao longo dos anos desempenham papel de destaque na reabilitação protética de pacientes devido suas propriedades químicas e mecânicas, além de seus aspectos biomiméticos e biocompatíveis (ALSADON et al., 2017; AKAZAWA et al., 2017).

Em uma era demarcada pela evolução da tecnologia, foi possível introduzir na prática odontológica a melhoria dos materiais dentários, dentre eles a produção computadorizada de restaurações, que são obtidas por *softwares* do sistema CAD (*computer aided design*) e fresadas pela usinagem CAM (*computer aided manufacturing*) - CAD/CAM, acoplando qualidades essenciais, planejamentos previsíveis e maior longevidade das restaurações (WILDGOOSE et al., 2004; LIU e ESSIG, 2008; MAZARO et al., 2016).

As restaurações podem ser fresadas utilizando materiais cerâmicos (feldspato, leucita, lítio, zircônia e alumina) (Li *et al.*, 2014) e Materiais híbridos (resina nanocerâmica e cerâmica infiltrada por polímero) (Chen *et al.*, 2014).

No grupo das cerâmicas, destaca-se o sistema IPS E.max (Ivoclar, Vivadent), uma a cerâmica vítrea de di-silicato de lítio que tem demonstrado a capacidade de reproduzir a naturalidade da estrutura dentária (CLAVIJO et al., 2007), devido as características de transparência e translucidez, que aumentam os resultados estéticos, e como consequência apresentam boa estabilidade de cor no meio oral (FIGUEROA et al. 2014). Apesar de todas as condições favoráveis das cerâmicas, como biocompatibilidade e aspectos biomiméticos, essas apresentam alta rigidez resultando em desgaste do antagonista, enquanto os compósitos são reconhecidos pela maciez e baixo desgaste do dente natural oposto à restauração (COLDEA *et al.*, 2013; DUARTE, SARTORI e PHARK, 2016).

Os materiais híbridos, recentemente introduzidos no mercado, vieram com o intuito de se associar as características cerâmicas (alta estética, resistência ao desgaste, biocompatibilidade e estabilidade de cor) com os dos compósitos (comportamento viscoelástico e menor desgaste do arco oposto), melhorando as

propriedades destes materiais. (Duarte *et al.*, 2016; Coldea *et al.*, 2013). Dentre estes materiais estão o Lava ultimate (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) considerado uma resina composta de partículas nanocerâmicas introduzidas em uma matriz de resina reticulada (Duarte *et al.*, 2016; Chen *et al.*, 2014; Ruse e Sadoun, 2014) e Enamic (VITA Zahnfabrik, Bäd Sackingen, Alemanha), uma cerâmica infiltrada por polímero que consiste em uma rede cerâmica de feldspato infiltrada pela rede de polímeros de dimetacrilato (Chen *et al.*, 2014; Albero *et al.*, 2015; Della Bona *et al.*, 2014).

O Lava Ultimate (3M ESPE, St Paul, MN EUA) é apresentado como um bloco de polímero compatível ao sistema CAD/CAM onde sua polimerização ocorre sob alta temperatura e pressão, levando a um maior grau de conversão e com isso há uma melhora das propriedades mecânicas, quando comparado as resinas polimerizadas diretamente na boca do paciente. Em se tratando de propriedades mecânicas e ópticas, bem como seu menor efeito abrasivo sobre os dentes antagonistas, os blocos de resina polimérica podem então serem considerados como materiais alternativos às cerâmicas dentárias (Alharbi *et al.*, 2015)

O Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) é obtido pela infiltração de um polímero de uretano em uma rede de cerâmica feldspática pré-sinterizada e reforçada por óxidos, que compreende 86% do material em peso. Esta combinação de duas fases (resina-cerâmica) confere um mecanismo de reforço ao material e melhora das propriedades mecânicas (Della Bona *et al.*, 2014). Em função de um módulo de elasticidade similar à dentina, é esperado um comportamento biomecânico mais semelhante ao dente natural durante a distribuição de estresses da mastigação.

Diversos tipos de tratamento da superfície interna das restaurações cerâmicas têm sido propostos na literatura, sempre de acordo com a composição química e microestrutura do material cerâmico, visando produzir retenções micromecânicas que auxiliem no processo de adesão. Vários pesquisadores advogam que as maiores resistências de união foram encontradas usando uma combinação de condicionamento de superfície com ácido hidrófluorídrico e o uso de agentes de união silano, observando que a utilização dos agentes de união silano, associados ao condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 9,5% a 10% por 20 s., como tratamento superficial de cerâmicas a base de dissilicato de lítio, viabiliza uma boa resistência de união (Nagai *et al.*, 2005). Até o momento, sabe-se que o condicionamento das cerâmicas híbridas com ácido hidrófluorídrico à 5% durante 20

segundos gerou união às resinas muito menor do que à cerâmica de dissilicato de lítio (Bottino *et al*, 2015).

Estudos apontam o jateamento com partículas de óxido de alumínio como um dos tratamentos de superfície para esses materiais, devido sua capacidade de aumentar mecanicamente a rugosidade, e conseqüentemente, a área de superfície da cerâmica, facilitando o embricamento micromecânico da resina (Wolfart *et al.*, 2007).

Pesquisas laboratoriais são de fundamental importância para se testar estes materiais e desenhar técnicas antes da aplicação clínica. Os resultados obtidos *in vitro* são úteis na orientação de protocolos que poderão ser utilizados nas mais diversas áreas da odontologia, em especial à proposta de materiais novos no mercado onde não há experiência clínica comprovada (Skupien, 2015).

Salienta-se que até o presente momento nenhum estudo avaliou a influência do tratamento de superfície na resistência mecânica das cerâmicas híbridas submetidas ao estresse por fadiga mecânica. Desta maneira, O objetivo geral do presente estudo foi avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial das cerâmicas híbridas após ser submetido a fadiga mecânica. As hipóteses testadas são: (1) - os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais; (2) - a resistência à flexão biaxial é influenciada por cada tratamento de superfície empregado; (3) - os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao teste de flexão biaxial, são dependentes de cada material cerâmico.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Preparação das amostras

Foram obtidas duzentos e dezesseis amostras a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (e.max CAD, Ivoclar-Vivadent) e cerâmicas híbridas (Enamic, VITA; Lava ultimate, 3M ESPE). Em cada bloco, foi colado em suas extremidades um dispositivo circular metálico a fim de arredondá-los até que cilindros de 12 mm de diâmetro fossem obtidos. Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com disco diamantado com velocidade de 300 rpm e refrigeração à água, foram cortados os cilindros em discos com as dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e 1,35 mm de espessura. As amostras de IPS

e.max CAD necessitaram de um ciclo de cristalização realizado em seu respectivo forno (Programat EP5000, IvoclarVivadent), de acordo com as recomendações de temperatura dada pelo fabricante. Posteriormente, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240, 400, 600 e 1200. De acordo com a norma ISO/CD 32 6872 as amostras obtiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura

2.2 Delineamento dos grupos

Foram geradas 60 amostras de cada material: e.max CAD (E), VITA Enamic (V) e Lava ultimate (L). Cada material recebeu 4 tratamentos de superfície (n=15): Ácido fluorídrico 10% e silano (HF); Jateamento com Óxido de alumínio 50 μ m e silano (O); Jateamento com Rocatec® 30 μ m e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica.

2.3 Cimentação

Foi utilizado o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE, EUA), manipulado seguindo as recomendações do fabricante, sendo imediatamente inserido sobre o centro da superfície cerâmica e imediatamente coberto com uma tira transparente de poliéster e uma lâmina de vidro. Uma carga de 750g foi aplicada para que ocorresse o espalhamento e a regularização do cimento por toda superfície da cerâmica, utilizando dispositivo previamente confeccionado. O material foi fotoativado por 60s sobre a face oposta do material e adicionalmente mais 60s em cada lado da interface adesiva utilizando o aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO (Ultradent, EUA) com intensidade de 1400mW/cm². Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidex, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C durante 24h.

2.4 Análises qualitativas

2.4.1 Perfilometria óptica

As amostras (n = 3) foram preparadas com o objetivo de se avaliar a morfologia de superfície. O Perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para

realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial. O *software* utilizado para obtenção das imagens fornece dados de média aritmética (Ra), baseando-se em picos e vales presentes na área analisada. Para as análises qualitativas foram incluídos os materiais sem tratamentos como controle (C).

2.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

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

2.4.3 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Foi realizada a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico por meio da Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizando o sistema da OXFORD INSTRUMENTS (modelo X-MAX^N) com *software* AZtec Live. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra (1mm²) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

2.5 Ensaios mecânicos

2.5.1 Fadiga mecânica

As amostras foram submetidas à ensaio de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo – SP, Brasil) por $1,0 \times 10^6$ ciclos com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. A carga foi aplicada no centro das amostras por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm. A face onde a carga foi aplicada foi a oposta à que recebeu os tratamentos de superfície.

2.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Campos/SP, Brasil). Uma

ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872, $\varnothing=1,6$ mm) fixada à célula de carga, exerce uma carga crescente no centro da face oposta à tratada (área de compressão), a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kg até o momento da fratura catastrófica.

2.6 Análises estatísticas

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

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

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

3. RESULTADOS

3.1 Perfilometria

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

Tratamento de superfície	E.max		Vita ENAMIC		LAVA	
	Mean	*	Mean	*	Mean	*
C	294,10	A	362,90	A	411,90	A
HF	627,00	B	1648,00	B	807,80	B
O	1425,00	C	1909,00	C	1917,00	C
R	992,30	D	1303,00	D	1163,00	D
M	430,20	E	428,30	A	623,40	E

Tabela 01: *Diferentes letras maiúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica.

As análises de dados entre diferentes tratamentos de superfície para um mesmo material cerâmico apresentou diferença estatística significativa entre todos os tratamentos para os grupos EMAX e LAVA. Em contrapartida, o grupo ENAMIC

apresentou semelhança entre as amostras sem tratamento (C) e as amostras tratadas com Monobond Etch & Prime.

Tratamento de superfície	E.max		Vita ENAMIC		LAVA		P valor
	Mean	*	Mean	*	Mean	*	
C	294,10	a	362,90	Ab	411,90	b	0,021
HF	627,00	a	1648,00	B	807,80	a	0,001
O	1425,00	a	1909,00	B	1917,00	b	0,001
R	992,30	a	1303,00	B	1163,00	c	0,001
M	430,20	a	428,30	A	623,40	b	0,001

Tabela 02: *Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tipos de materiais cerâmicos, quando cada um dos tratamentos de superfície foram analisados isoladamente.

As análises isoladas de cada tratamento de superfície mostram que o ENAMIC foi estatisticamente semelhante ao E.max e LAVA, porém, esses 2 últimos foram diferentes estatisticamente entre si. Nas amostras tratadas com Monobond Etch & Prime, apenas os materiais E.max e ENAMIC mostraram semelhança estatística, enquanto nas amostras tratadas com Óxido de alumínio a semelhança estatística esteve presente entre o ENAMIC e LAVA. Por fim, houve diferença estatística em as amostras que receberam o jateamento com Rocatec.

3.3 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

Nas imagens em MEV-FEG dos materiais, sem tratamento de superfície (Figura 1,2 e 3) é possível verificar uma superfície homogênea com a presença de ranhuras

decorrentes da ação mecânica causada pela lixa no momento da confecção das amostras.

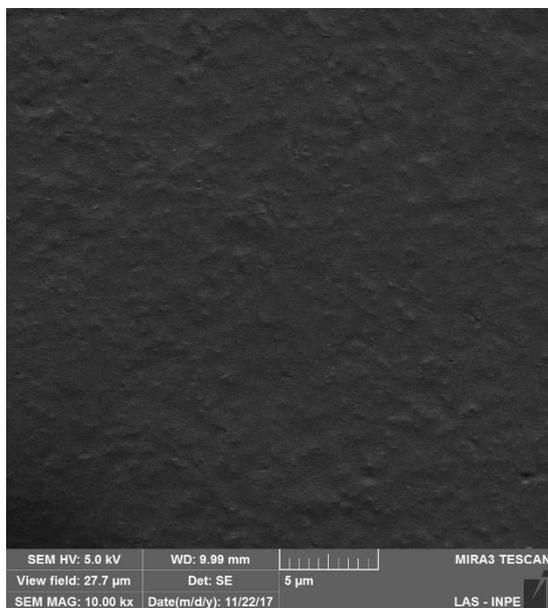


Figura 1 – Emax sem tratamento

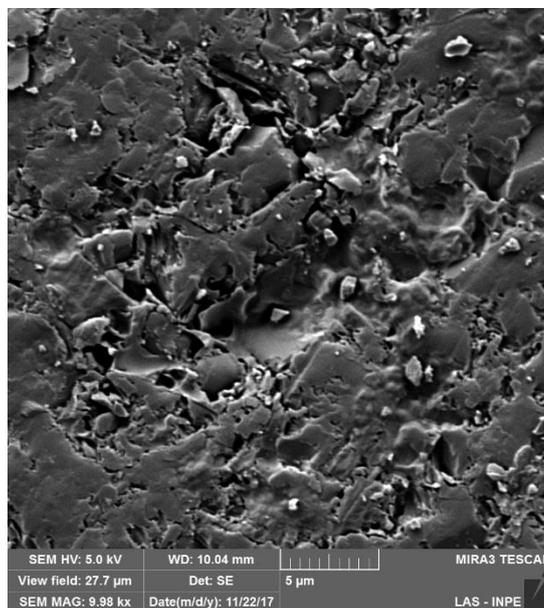


Figura 2 – Vita Enamic sem tratamento

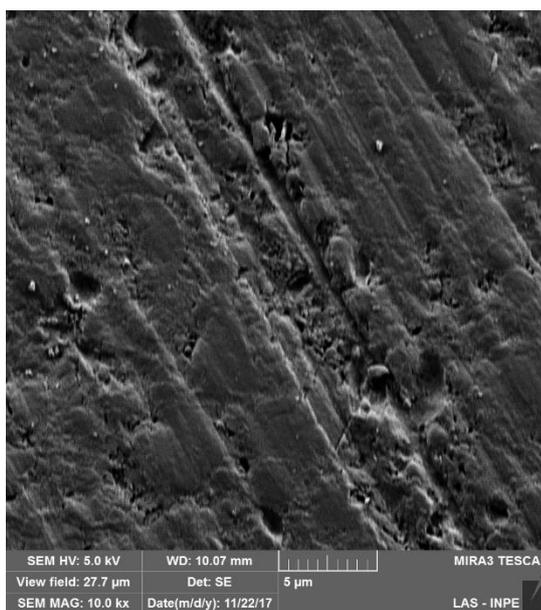


Figura 3 – Lava sem tratamento

As imagens dos grupos EHF, VHF e LHF deixa claro a ação do ácido fluorídrico evidenciando o aumento no grau de dissolução destes materiais (Figura 4, 5 e 6). Destaca-se o grupo VHF devido a um grau de dissolução mais elevado visto na figura 5 como também comprovado pela perfilometria, o que leva a um aumento no nível de rugosidade superficial. Os grupos EO, VO e LO referentes as figuras 7,8 e 9 apresentam uma imagem similar devido a deposição total de Óxido de alumínio 50 μ m por toda a superfície independentemente do tipo do material. De forma similar, os

grupos ER, VR e LR como visto nas figuras 10,11 e 12 é possível observar a deposição total do Rocatec 30 μm (Óxido de alumínio revestido por sílica), sendo visível a visualização destes grânulos.

Os grupos EM, VM e LM representados nas figuras 13,14 e 15 geraram imagens similares as imagens dos seus respectivos materiais sem tratamento de superfície, sendo possível visualizar as ranhuras do lixamento no grupo LM. Visualmente houve uma ação de dissolução destes materiais, porém muito menor quando comparados ao grupo do Ácido fluorídrico 10%

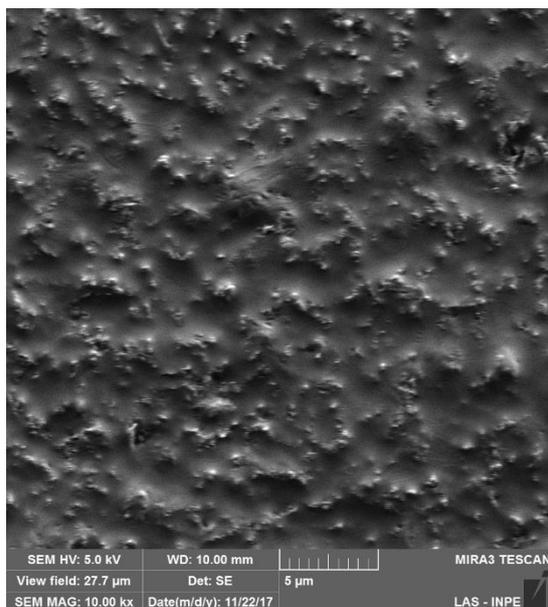


Figura 4 – EHF

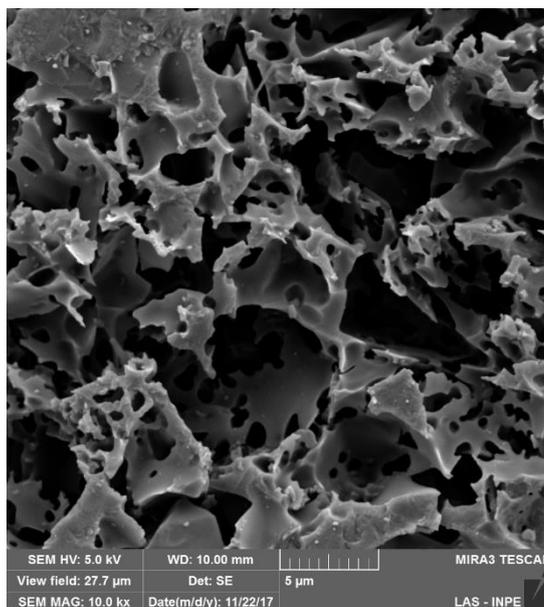


Figura 5 – VHF

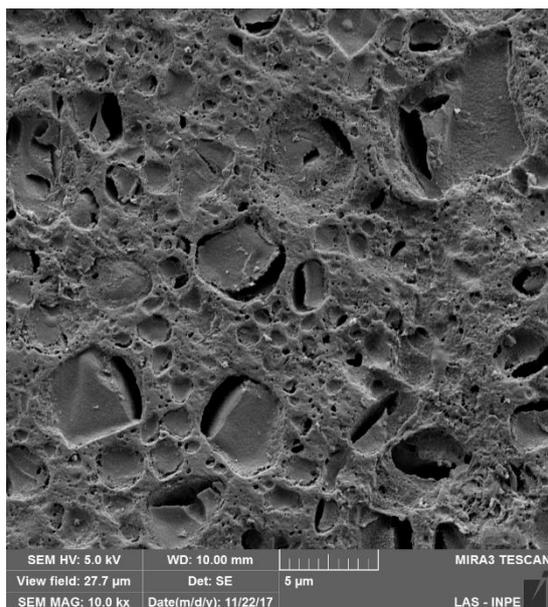


Figura 6 – LHF

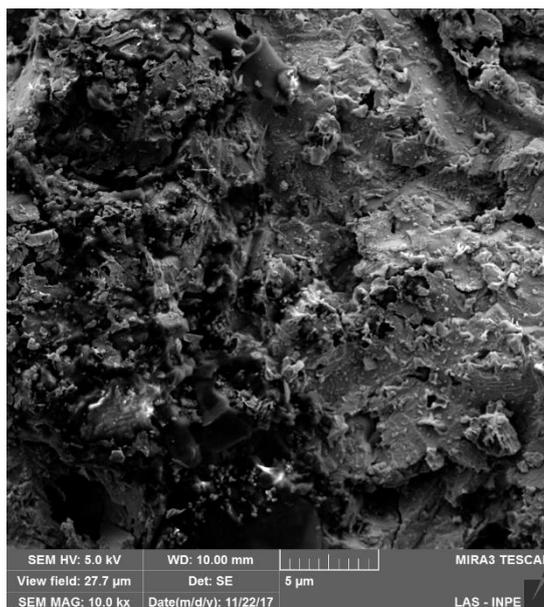


Figura 7 – EO

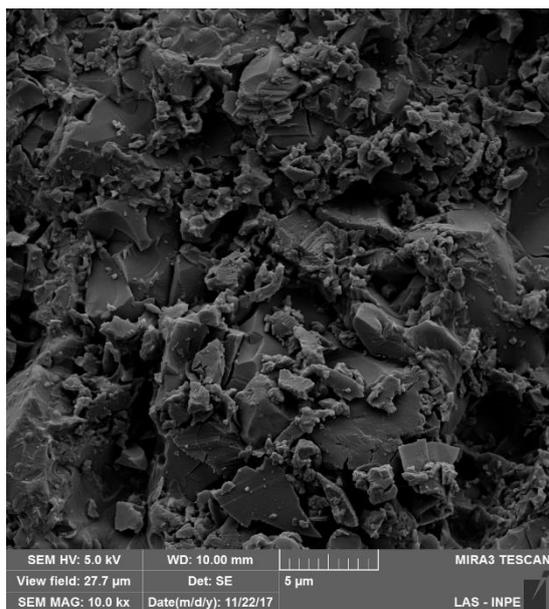


Figura 8 – VO

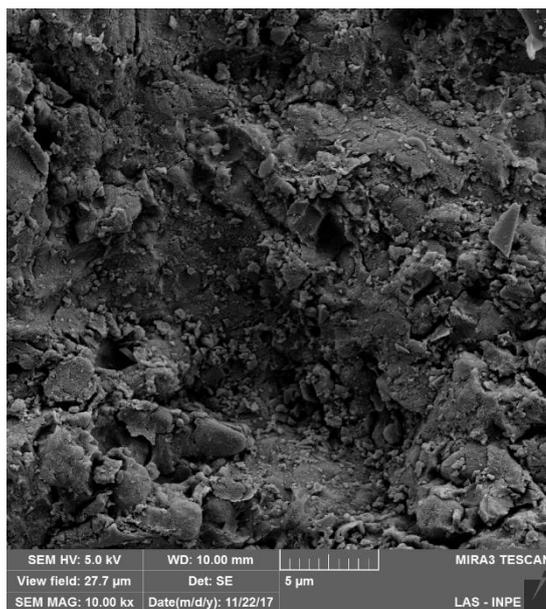


Figura 9 – LO

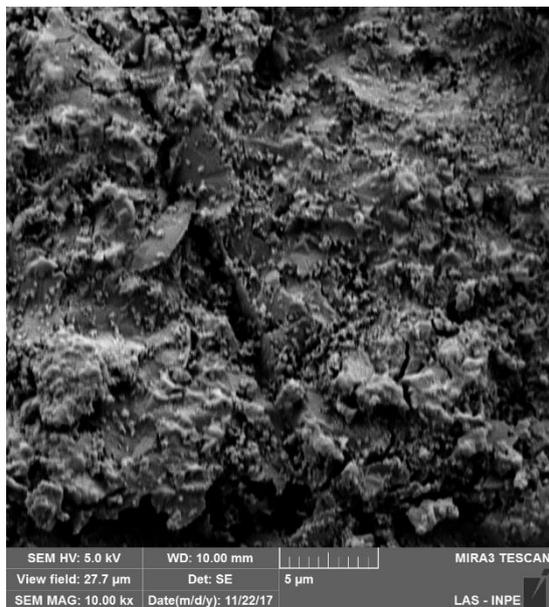


Figura 10 – ER

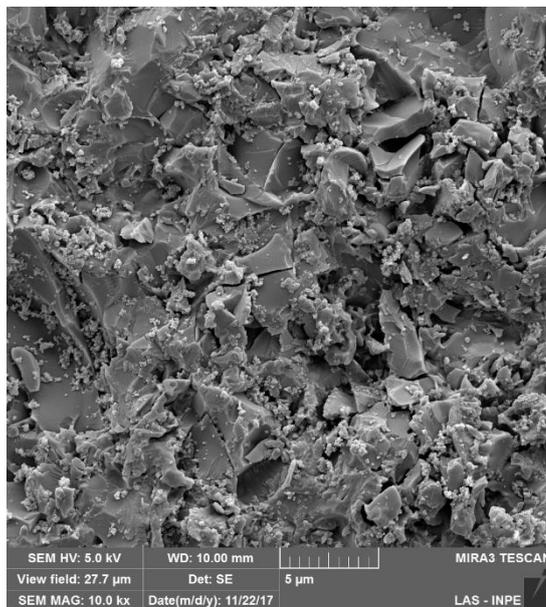


Figura 11 – VR

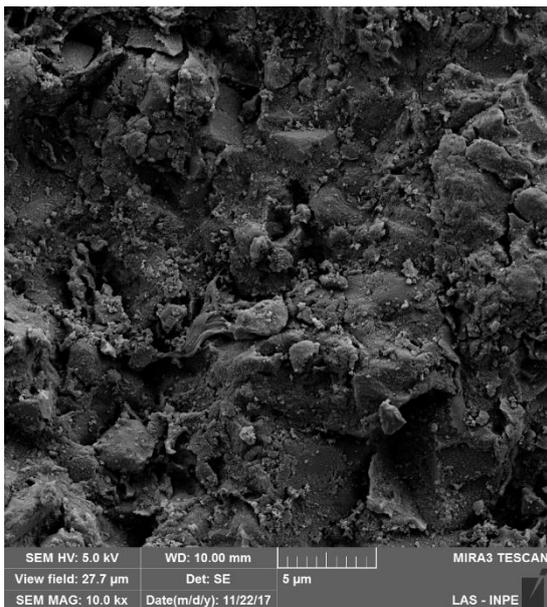


Figura 12 – LR

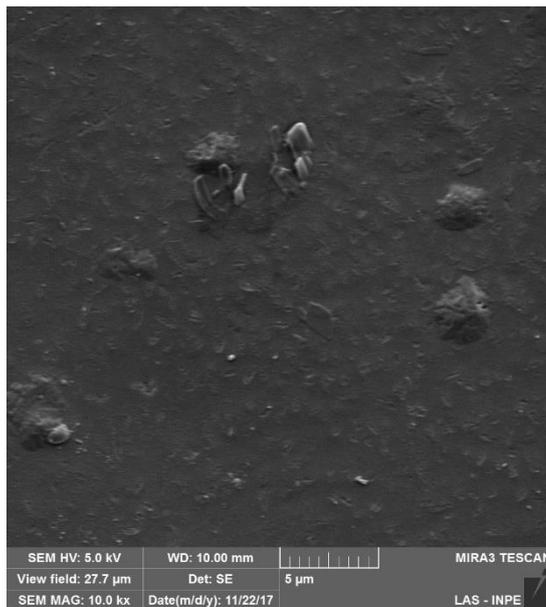


Figura 13 – EM

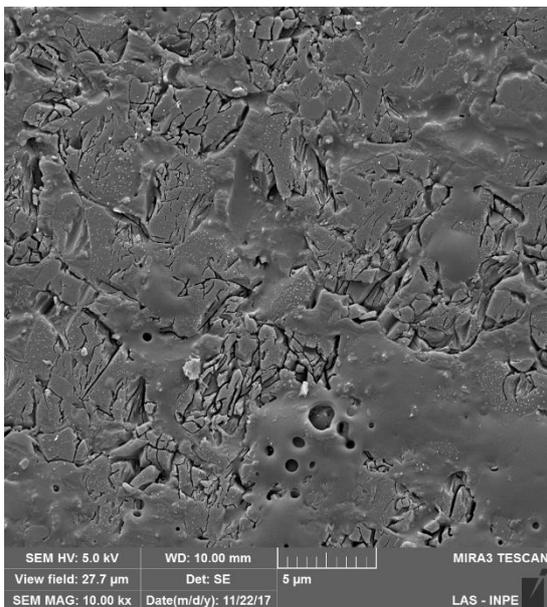


Figura 14 – VM

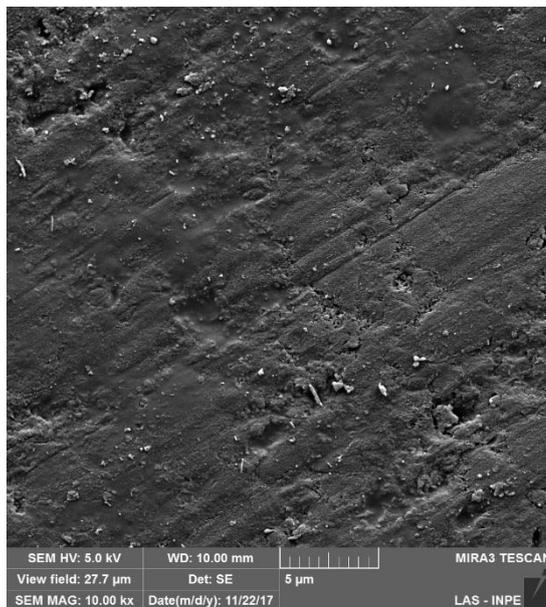


Figura 15 – LM

3.4 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

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

	Elementos químicos						
	ZR	O	AL	C	NA	Si	K
EP	-	45,7	6,5	0,4	-	43,7	3,7
EHF	-	43,4	2,6	0,4	-	48,8	4,9
EO	-	48,6	6,5	0,4	-	40,6	3,9
ER	-	37,3	-	0,4	-	62,3	-
EM	-	37,6	13,9	0,4	6,0	36,0	6,0

Tabela 3 – EDS e.max CAD

	Elementos químicos						
	ZR	O	AL	C	NA	Si	K
VP	-	46,5	2,4	0,4	-	47,0	3,6
VHF	-	39,2	13,3	0,4	6,1	35,3	5,8
VO	16,9	42,3	0,6	0,4	-	39,8	-
VR	-	40,6	15,0	0,4	5,7	32,8	5,6
VM	-	40,0	13,6	0,4	5,9	34,5	5,7

Tabela 4 – EDS Vita Enamic

	Elementos químicos						
	ZR	O	AL	C	NA	Si	K
LP	-	36,9	3,3	0,4	-	53,1	6,3
LHF	-	65,1	-	0,4	-	34,5	-
LO	-	53,9	9,8	0,4	3,5	27,6	4,9
LR	11,6	45,0	2,6	0,4	-	40,4	-
LM	-	46,0	-	0,4	-	53,6	-

Tabela 5 – EDS Lava ultimate

3.5 Resistência á flexão biaxial (RFB)

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

Tratamento de superfície	E.max			Vita Enamic			LAVA		
	Mean	*	Standard deviation	Mean	*	Standard Deviation	Mean	*	Standard deviation
HF	291,1	A	41,89	109,1	A	23,23	132,1	A	16,82
O	201,0	B	14,26	96,93	A	9,66	98,00	B	18,63
R	190,4	B	31,69	101,7	A	14,50	108,8	B	32,44
M	300,8	A	53,64	103,9	A	19,96	137,9	A	24,97

Tabela 6 - *Diferentes letras revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica.

A análise dos dados permite afirmar que nos materiais E.max CAD e Lava ultimate o tratamento de superfície influenciou de maneira estatisticamente significativa na resistência à flexão biaxial. Os tratamentos de superfície de jateamento nesses 2 materiais não apresentaram diferença estatística entre si, porém, quando comparado aos demais tratamentos eles apresentaram uma menor resistência a flexão biaxial de maneira significativa, ou seja, o tratamento de superfície com ácido fluorídrico e monobond estatisticamente similares entre si apresentaram uma resistência a flexão biaxial superior ao jateamento com Óxido de alumínio e de Rocatec. Os tratamentos de superfície empregados ao Vita Enamic não apresentaram diferença estatística, ou seja, não houve influência dos tratamentos na resistência à flexão biaxial deste material.

4. Discussão

O principal objetivo dos biomateriais odontológicos é imitar a estrutura do tecido desejado. O esmalte e a dentina apresentam características mecânicas e biológicas complexas, não sendo de fácil reprodução. No grupo de materiais restauradores, as cerâmicas são análogas à estrutura do esmalte, enquanto as resinas apresentam semelhança morfológica e física à dentina humana (Duarte et al., 2016). Segundo Coldea et al., em 2013, Duarte et al., em 2016 e Spitznagel et al., em 2016, associar as características desses dois materiais restauradores seria ideal, unindo a estética, biocompatibilidade e estabilidade de cor das cerâmicas ao comportamento viscoelástico, maciez e baixo desgaste dos compósitos. Com a evolução dos estudos

e da indústria, foram elaborados novos polímeros reforçados por partículas de cerâmicas, e através de uma alta pressão e temperatura elevada, foi possível obter uma junção de fases poliméricas e cerâmicas, que resultou em um maior grau de conversão dos monômeros, aumentando a propriedade dos materiais, formando assim as cerâmicas híbridas (Duarte et al., 2016; Arocha et al., 2014), que têm sido introduzidas no mercado odontológico, originando uma nova classe de materiais CAD/CAM (Splitznagel et al., 2016).

Para a durabilidade das restaurações cerâmicas são discutidos diferentes tratamentos de superfície, de acordo com a microestrutura e composição química do material restaurador (Nagai et al., 2005). Almejando o sucesso clínico dos procedimentos, é necessário o desenvolvimento de estudos *in vitro* que promovam o delineamento das técnicas de aplicação, principalmente em novos materiais (Skupien et al., 2015; Peumans et al., 2016). Para isso, neste trabalho foram desenvolvidos testes com diferentes tratamentos de superfície discutidos na atualidade para os materiais utilizados, a fim de avaliar sua influência na resistência a flexão biaxial e a capacidade de aumento da rugosidade superficial de cada um, logo que, essas características são uns dos maiores aspectos que descrevem a efetividade dos procedimentos de pré-tratamentos.

Vários fatores também podem influenciar a resistência definitiva dos materiais cerâmicos, incluindo a dimensão das amostras, o ambiente de teste, os procedimentos de polimento, a taxa de área de tensão do corpo de prova submetido às tensões e os métodos de teste. (Albakry et al., 2003)

O estudo de alguns materiais CAD/CAM realizado por Peumans et al., em 2016, verificou que ao aumentar a rugosidade superficial através de tratamentos de superfície, houve um menor impacto na microtensão quando feito o condicionamento químico, porém a aplicação de Al_2O_3 não contribuiu para reduzir essa propriedade. O jateamento com óxido de alumínio tem por finalidade melhorar a força de ligação, aumentar a molhabilidade (Soares et al., 2009; Elsaka, 2014) e expor uma área reativa da cerâmica (Kern, 2006), permitindo o embricamento mecânico da resina (Soares et al., 2009; Elsaka, 2014). O presente estudo demonstrou o aumento de picos, por meio da perfilometria, no IPS E.max (Ivoclar-Vivadent) e vales no Enamic (VITA) e Lava Ultimate (3M ESPE) quando submetidos ao jateamento com Al_2O_3 , coincidindo com a pesquisa prévia de Elsaka em 2014, em que esse tipo de tratamento apresentou uma

rugosidade superficial maior que as amostras tratadas com HF. Wiegand et al., em 2015 relataram que o pré-tratamento de superfície com aplicação de Al_2O_3 em resinas nanocerâmicas resultou em uma melhora significativa nas forças de adesão ao cisalhamento. Por outro lado, há estudos que defendem que o uso de métodos de abrasão a ar não são mais benéficos que a aplicação do adesivo sozinho (Loomans et al., 2011; Valente et al., 2016) Além disso, pesquisas apontam que mesmo com o aumento da rugosidade, o jateamento com Al_2O_3 não parece ser o melhor procedimento para as cerâmicas, devido a probabilidade de microfissuras na superfície, ocasionando falha prematura (Peumans et al., 2016; Spitznagel et al., 2014), o que é visto nesta pesquisa nos grupos do Lava ultimate (3M ESPE) e E.max (Ivoclar-Vivadent) que apresentaram uma diminuição da resistência a flexão biaxial quando comparado a tratamentos de superfície com HF e ME&P.

Um estudo realizado por Timothy et al., em 2014 em cerâmicas de dissilicato de lítio comprovou que nenhuma mudança significativa foi encontrada na resistência à flexão após qualquer protocolo de tratamento com ácido fluorídrico no entanto, valores significativamente mais baixos de resistência à flexão foram registrados após a abrasão de partículas jateadas a pressões superiores a 55 kPa. O jateamento remove mecanicamente fragmentos da superfície da cerâmica para criar locais de ligação morfológicos. (Borges et al., 2003). Segundo os autores o jateamento com Óxido de alumínio criou significativamente mais irregularidades na superfície do dissilicato de lítio em regiões muito mais concentradas que se tornaram cada vez mais aparentes à medida que a pressão foi amplificada. O estudo concluiu que essas áreas concentradas de estresse são o que causou a diminuição da resistência à flexão.

O condicionamento ácido remove a matriz vítrea e dissolve parte do polímero (Loomans et al., 2017), criando microporosidades e microcanais com uma média de 10 μm de profundidade. Esse ácido precisa ser lavado e sua superfície deve ser seca, para a posterior aplicação do silano, que por sua vez melhora as forças de adesão dos agentes de união na superfície e assim otimizam a interação microscópica entre o substrato e esses agentes (Della Bona et al., 2000; Özcan e Volpato, 2016). Em cerâmicas infiltradas por polímeros, como o Enamic, essa superfície consegue ser altamente modificada por concentrações de HF à 10% durante 30 segundos. Esse protocolo, porém, é instável quando se trata de resinas nanocerâmicas, como o Lava

Ultimate, pois concentrações hidrofluorídricas baixas não são suficientes para o desbastamento necessário, enquanto concentrações mais altas podem promover a desestruturação dos nanoaglomerados (Özcan e Volpato, 2016). Neste estudo, podem-se observar essas informações, tendo em vista a formação predominante de vales em toda a região da superfície do Enamic, tratada com HF sendo ainda maior que a rugosidade obtida no Lava ultimate (Tabelas 1 e 2).

Para o dissilicato de lítio, por exemplo, que é uma cerâmica consagrada do sistema CAD/CAM, alguns autores advogam a associação do condicionamento com ácido fluorídrico (concentração de 9,5% à 10%, por 20 segundos) com o uso de agentes de união (silano) sendo o ideal (Nagai et al., 2005). Porém, segundo Bottino et al. (2015), esse protocolo em cerâmicas híbridas resultou em uma união às resinas efetivamente menor do que à cerâmica de dissilicato de lítio. Apesar, de o presente estudo ter constatado a rugosidade criada pelo HF nos materiais Enamic e Lava Ultimate, encontramos na literatura pesquisas que não garantem uma eficácia desse tipo de protocolo na preparação tais materiais (Bottino et al., 2015; Özcan e Volpato, 2016; Eldafrawy et al., 2018), pois enquanto nas cerâmicas vítreas deseja-se uma ligação química, nos compósitos há uma necessidade de embricamento mecânico efetivo (Tian et al., 2014). No dissilicato de lítio, o HF promove melhor impregnação do cimento resinoso que faz com que o conjunto tenha ganhos de resistência a flexão biaxial, como visto neste estudo gerando diferenças estatísticas quando comparados ao jateamento com ROC e Al_2O_3 .

Investigadores sugeriram que o uso de silano e uma camada de agente cimentante de resina pode aumentar a resistência da cerâmica condicionadas pelo HF (Ban e Anusavice, 1990; Kao et al., 1971). Moléculas de silano que entram nas rachaduras e a contração da polimerização do cimento resinoso, embora seja geralmente visto como uma propriedade negativa, podem aumentar a resistência aparente das cerâmicas cimentadas ao "estressar" as moléculas, em vez de afastá-las umas das outras, evitando rachaduras de abrir livremente (Uctasli et al., 1996), o que comprova que o conjunto cerâmica/cimento resinoso torna-se um fator de aumento de resistência a flexão em algumas cerâmicas condicionadas com HF, como visto neste estudo no IPS e.max e LAVA Ultimate (Tabela 6).

Luo et al mostraram rugosidade aumentada da superfície da cerâmica a base de dissilicato de lítio após condicionamento ácido. O condicionamento ácido produziu

cristais alongados na superfície de dissilicato de lítio, o que é ideal para alcançar a retenção necessária para os agentes de cimentação resinosa. Esses cristais se encaixam de forma homogênea em uma matriz de vidro e atuam como uma estrutura de intertravamento, o que pode evitar a propagação de trinca e, portanto, aumenta a resistência à flexão e a tenacidade à fratura. (Tabassom et al., 2008)

Timothy et al., em 2014 avaliou a resistência à flexão do dissilicato de lítio após receber aplicação de HF de 5% e 9,5% por 20 e 120 segundos, e constatou que apesar de não ser estatisticamente significativa, o ataque com ácido fluorídrico diminuiu a resistência à flexão nas duas concentrações e tempos de exposição. Com isso, os autores deste estudo teorizam que o padrão de degradação ácida uniforme criado na superfície de dissilicato de lítio não criou aumento de tensão suficientes para afetar significativamente a resistência à flexão. Segundo Luo et al., 2014, o aumento do tempo de condicionamento ácido influencia a rugosidade de superfície e resistência flexural de uma cerâmica à base de disilicato de lítio.

Deve-se considerar que as cerâmicas de dissilicato de lítio possuem uma microestrutura única composta de cristais pequenos, aleatoriamente orientados, que aumentam a resistência à flexão comparada com a cerâmica vítrea convencional. Segundo Venturini et al., 2015, o alto conteúdo vítreo da cerâmica feldspática (assim como visto no Vita Enamic) torna a superfície da cerâmica mais suscetível ao ataque com ácido fluorídrico, mesmo em baixas concentrações gerando maior rugosidade superficial e a presença de poros que podem atuar como fontes de iniciação de rachaduras. Em um estudo realizado por Prochnow et al., em 2015 foi observado que após a aplicação de ácido fluorídrico 10%, a degradação superficial e a remoção da matriz vítrea foram suficientes para promover uma diminuição na resistência de cerâmicas com alto conteúdo vítreo. Esse fato pode justificar o motivo pelo qual o Vita Enamic não apresentou diferença estatística entre os grupos (Tabela 6).

El-Damanhourya e Gaintantzopoulou (2018), por sua vez, explicam que o ME&P é uma solução que contém polifluoreto de amônio, um sal ácido utilizado no condicionamento de vidros e silicatos para obtenção de uma aspereza que garanta retenção micromecânica. Porém, essa solução tem uma acidez inferior ao HF, por isso, espera-se uma corrosão menos eficiente. Em seus achados, observaram uma

alta porcentagem de falha coesiva no tratamento com ME&P da Enamic, quando comparada ao IPS E.max. Apesar disso, neste estudo observou-se que houve semelhança estatística na rugosidade superficial entre esses materiais. Essa diferença na coesão pode ser explicada pela grande diferença de microestrutura entre ambos, pois mesmo que a rugosidade no Enamic tenha sido satisfatória na análise perfilométrica do tratamento com ME&P, a presença de cristais de dissilicato de lítio presente no IPS E.max, melhora a fixação da resina e aumenta a resistência à flexão e fratura, além da resistência à propagação de trincas (Apel et al., 2008; Pini et al., 2012), o que pode ser comprovado nessa pesquisa pois o grupo de ME&P do IPS E.max apresentou um aumento da resistência a flexão biaxial quando comparado aos tratamentos de superfície com Al_2O_3 e jateamento com ROC, enquanto no grupo de ME&P aplicado no Enamic não houve diferença estatística quando comparado aos demais tratamentos de superfície empregados a esse material.

O jateamento com ROC tem sido citado em diversos estudos (Blatz et al., 2007; Yang et al., 2010; Cheung et al., 2014; Mesmar et al., 2017). Alguns autores defendem a limpeza com ultrassom após o jateamento com ROC (Blatz et al., 2007; Friederich et al., 2002), para facilitar a ligação (Kern, 2009). Contudo, Nishigawa et al em 2008, mostraram que esse protocolo reduz o desempenho da adesão. Por esse motivo, o trabalho em questão não fez a limpeza da superfície tratada, e logo após o jateamento do ROC, houve a aplicação de uma camada de silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, EUA) para a melhora da adesão. Essa pesquisa apresentou diferença estatística nos valores de rugosidade superficial de todas as amostras submetidas ao tratamento com jateamento de ROC, corroborando com os estudos de Oyagüe et al., em 2009 e Burke et al., em 2002, onde citam que o processo triboquímico forma sobre a superfície tratada uma camada de sílica, através de uma alta pressão de partículas de alumina modificadas no substrato (Burke et al., 2002) que auxilia a adesão química (Kumbuloglu et al., 2006; Valandro et al., 2007), porém de forma similar ao Al_2O_3 , o jateamento com ROC pode provocar microfissuras em materiais com alto teor de matriz de resina reticulada como é o caso do Lava ultimate, como é visto nesta pesquisa pois apresentou diminuição da resistência a flexão biaxial quando comparado ao HF e ME&P aplicados nesta nanocerâmica.

Finalmente, pode ser enfatizado no presente estudo que os diferentes tratamentos de superfície reproduzidos nos três materiais avaliados possuem influência direta na rugosidade superficial, e apenas o Emax CAD e o Lava Ultimate sofreram influência destes tratamentos na resistência à flexão biaxial. São necessários mais estudos que demonstrem de forma mais clara qual o protocolo mais indicado de acordo com o tipo de bloco CAD/CAM, pois existe grande divergência entre os autores (Spitznagel et al., 2014).

5. Conclusão

A partir deste estudo é possível concluir:

1. O tratamento de superfície altera a rugosidade superficial de todas as cerâmicas estudadas com exceção do monobond etch & prime aplicado ao Vita Enamic
2. Os tratamentos de superfície influenciam na resistência à flexão biaxial apenas nos materiais E.max CAD e LAVA Ultimate.
3. Os efeitos dos tratamentos de superfície são dependentes de cada material cerâmico.

REFERÊNCIAS

ALBAKRY M.; GUAZZATO M.; SWAIN M. Biaxial flexural strength, elastic moduli and X-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. **J Prosthet Dent**. V. 89, p. 374-380, 2003.

ALBERO, A. et al. Comparative characterization of a novel cad-cam polymer-infiltrated-ceramic-network. **J Clin Exp Dent**, v. 7, n. 4, p. 495-500, 2015.

ALSADON, O. et al. Fracture resistance of zirconia-composite veneered crowns in comparison with zirconia-porcelain crowns. **Dent Mater J**, v.36, n. 3, p. 289-295, 2017.

AL-HARBI, et al. Effect of Aging Regimens on Resin Nanoceramic Chairside CAD/CAM Material. **Journal of Prosthodontics**, v. 26, n. 5, p. 432-439, 2015.

AKAZAWA, N. et al. Effect of mechanochemical surface preparation on bonding to zirconia of a tri-n-butylborane initiated resin. **Dent Mater J**, v. 36, n. 1, p. 19-26, 2017..

APEL, E. et al. Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 1, n. 4, p. 313-325, 2008.

AROCHA, M. A. et al. Colour stainability of indirect CAD–CAM processed composites vs. conventionally laboratory processed composites after immersion in staining solutions. **J Dent**, v. 42, n. 7, p. 831-838, 2014.

BAN S.; ANUSAVICE KJ. Influence of test method on failure stress of brittle materials. **J Dent Res**. V. 12, p. 1791-1799, 1990

BLATZ, M. B. et al. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. **Quintessence Int**, v. 38, n. 9, p. 745-753, 2007.

BORGES G. et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J Prosthet Dent**. V. 89, p. 479-488, 2003.

BOTTINO M. A. et al. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. **Oper Dent**, v. 40, n. 2, p. 40-46, 2015.

BURKE, F. J. et al. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. **J Adhes Dent**, v. 4, n. 1, p. 7-22, 2002.

CHEN, C. et al. The fracture resistance of a CAD/CAM Resin Nano Ceramic (RNC) and a CAD ceramic at different thicknesses. **Dent Mater**, v. 30, n. 9, p. 954-962, 2014.

CHEUNG, G. C.; BOTELHO, M. G.; MATINLINNA, J. P. Effect of surface treatments of zirconia ceramics on the bond strength to resin cement. **J Adhes Dent**, v. 16, n. 1, p. 49-56, 2014

CLAVIJO, V. G. R.; SOUZA, N. C.; ANDRADE, M. F. IPS e. Max: harmonização do sorriso. **R Dental Press Estét**, v. 4, n. 1, p. 33-49, 2007.

COLDEA, A.; SWAIN, M. V.; THIEL, N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. **Dent Mater**, v. 29, n. 4, p. 419-426, 2013.

DELLA BONA, A.; CORAZZA, P. H.; ZHANG, Y.. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. **Dent Mater**, v. 30, n. 5, p. 564-569, 2014.

DUARTE, S.; SARTORI, N.; PHARK, J. H. Ceramic-reinforced polymers: CAD/CAM hybrid restorative materials. **Curr Oral Health Rep**, v. 3, n. 3, p. 198-202, 2016.

ELDAFRAWY, M. et al. Bonding to CAD-CAM composites: an interfacial fracture toughness approach. **J Dent Res**, v. 97, n. 1, p. 60-67, 2018.

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

ELSAKA, S. E. Bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: the effect of surface treatments. **J Adhes Dent**, v. 16, n. 6, p. 531-540, 2014.

FIGUEROA, R. et al. Rehabilitation of Anterior Teeth with Ceramic Lithium Disilicate System. **Int. J. Odontostomat**, v. 8, n. 3, p. 469-474, 2014.

FRIEDERICH, R.; KERN, M. Resin bond strength to densely sintered alumina ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 15, n. 4, p. 333-338, 2002.

KAO R.; PERRONE N.; CAPPS W. Large-deflection solution of the coaxial-ring-circular-glass-plate flexure problem. **J Am Ceram Soc.** V.54, p.566-571, 1971.

KERN, M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. **J Adhes Sci Technol**, v. 23, n. 7-8, p. 1097-1111, 2009.

KUMBULOGLU, O. et al. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. **Oper Dent**, v. 31, n. 2, p. 248-255, 2006.

LI, R. W. K.; CHOW, T. W.; MATINLINNA, J. P. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. **J Prosthodont Res**, v. 58, n. 4, p. 208-216, 2014.

LIU, P. R.; ESSIG, M. E. Panorama of dental CAD/CAM restorative systems. **Compend Contin Educ Dent** (Jamesburg, NJ: 1995), v. 29, n. 8, p. 482, 484, 486-8 passim, October 2008.

LOOMANS, B. A. C. et al. Effect of different surface treatment techniques on the repair strength of indirect composites. **J Dent**, v. 59, p. 18-25, 2017.

LOOMANS, B. A. C. et al. Is there one optimal repair technique for all composites?. **Dent Mater**, v. 27, n. 7, p. 701-709, 2011.

LUO X. et al. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS-Empress 2 dental ceramic. **Appl Surface Sci**. V. 491, p. 388-394, 2001.

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

MAZARO, J. V. Q. et al. Monolithic ceramics: myth, reality, or just another clinical option. **Pro-Odonto**. v. 4, p. 9-47, 2016

MESMAR, S.; RUSE, N. D. Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Resin Cement—Lithium-Disilicate/Resin-Composite Blocks. **J Prosthodont**, v. 00, p. 1-9, 2017.

NAGAI, T. et al. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. **J Oral Rehabil**, v. 32, n. 8, p. 598-605, 2005.

NISHIGAWA, G. et al. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. **Dent Mater J**, v. 27, n. 6, p. 842-848, 2008.

OYAGÜE, R. C. et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dent Mater**, v. 25, n. 2, p. 172-179, 2009.

ÖZCAN, M.; VOLPATO, C. Â. Surface conditioning and bonding protocol for polymer-infiltrated ceramic: how and why?. **J Adhes Dent** v. 18, n. 2, p. 174-175, 2016.

PEUMANS, M. et al. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. **J Adhes Dent**, v. 18, n. 4, 2016.

PINI, N. P. et al. Advances in dental veneers: materials, applications, and techniques. **Clin Cosmet Investig Dent**, v. 4, p. 9-16, 2012.

PRONCHNOW C. et al. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. **J Biomed Mater Res**. V. 0, p. 000–000, 2015.

RUSE ND, SADOON MJ. Resin-composite blocks for dental CAD/CAM applications. **J Dent Res** v. 93, n. 12, p. 1232-1234, 2014.

SKUPIEN, J. A. et al. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. **Braz Oral Res**, v. 29, n. 1, p. 1-8, 2015.

SOARES, E. S. et al. Tratamento de superfície de cerâmica pura para cimentação com cimentos resinosos. **Rev Odontol UNESP**, v. 38, n. 3, p. 154-60, 2009.

SPITZNAGEL, F. A. et al. Adhesive Bonding to Hybrid Materials: An Overview of Materials and Recommendations. **Compend Contin Educ Dent** (Jamesburg, NJ: 1995), v. 37, n. 9, p. 630-637, 2016.

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

TABASSOM, H.; SHAGHAYEGH, P.; ALIREZA K. Effect of Surface Acid Etching on the Biaxial Flexural Strength of Two Hot-Pressed Glass Ceramics. **J Prosthet Dent**. V.17, p. 415-419, 2008.

TIAN, T. et al. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dent Mater**, v. 30, n. 7, p. e147-e162, 2014.

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

UCTASLI S.; Wilson HJ. Influence of layer and stain firing on the fracture strength of heat-pressed ceramics. **J Oral Rehabil.** V. 23, p. 170-194, 1996)

VALANDRO, L. F. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. **Int J Prosthodont**, v. 20, n. 1, 2007.

VALENTE, L. L. et al. Repair bond strength of dental composites: systematic review and meta-analysis. **Int J Adhes. Adhes.**, v. 69, p. 15-26, 2016.

VENTURINI AB et al. Influence of hydrofluoric acid concentration on the flexural strength of a feldspathic ceramic. **J Mech Behav Biomed Mater.** V. 48, p. 241-248, 2015.

WIEGAND, A. et al. Repairability of CAD/CAM high-density PMMA-and composite-based polymers. **Clin Cosmet Investig Dent**, v. 19, n. 8, p. 2007-2013, 2015.

WILDGOOSE, D. G.; JOHNSON, A.; WINSTANLEY, R. B. Glass/ceramic/refractory techniques, their development and introduction into dentistry: A historical literature review. **J Prosthet Dent**, v. 91, n. 2, p. 136-143, 2004.

WOLFART, M. et al. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. **Dent Mater**, v. 23, n. 1, p. 45-50, 2007.

YANG, B.; BARLOI, A.; KERN, M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. **Dent Mater**, v. 26, n. 1, p. 44-50, 2010.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

As análises deste estudo in vitro mostram que o tratamento de superfície, ideais para uma maior força de união, podem afetar a resistência à flexão biaxial de determinadas cerâmicas como o Ips. Emax e o Lava Ultimate, porém o mesmo não é visto na vita Enamic, ou seja, cada material se comporta de forma diferente frente ao tratamento de superfície. Variações nessa pesquisa como alteração da concentração do ácido fluorídrico, alteração do tamanho das partículas gateadas bem como alteração do tempo de condicionamento são fundamentais para se obter conclusões definitivas, bem como novas análises qualitativas como espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR).

REFERÊNCIAS

ALBERO, A. et al. Comparative characterization of a novel cad-cam polymer-infiltrated-ceramic-network. **J Clin Exp Dent**, v. 7, n. 4, p. 495-500, 2015.

ALSADON, O. et al. Fracture resistance of zirconia-composite veneered crowns in comparison with zirconia-porcelain crowns. **Dent Mater J**, v.36, n. 3, p. 289-295, 2017.

AL-HARBI, et al. Effect of Aging Regimens on Resin Nanoceramic Chairside CAD/CAM Material. **Journal of Prosthodontics**, v. 26, n. 5, p. 432-439, 2015.

AKAZAWA, N. et al. Effect of mechanochemical surface preparation on bonding to zirconia of a tri-n-butylborane initiated resin. **Dent Mater J**, v. 36, n. 1, p. 19-26, 2017..

APEL, E. et al. Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 1, n. 4, p. 313-325, 2008.

AROCHA, M. A. et al. Colour stainability of indirect CAD–CAM processed composites vs. conventionally laboratory processed composites after immersion in staining solutions. **J Dent**, v. 42, n. 7, p. 831-838, 2014.

BLATZ, M. B. et al. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. **Quintessence Int**, v. 38, n. 9, p. 745-753, 2007.

BOTTINO M. A. et al. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. **Oper Dent**, v. 40, n. 2, p. 40-46, 2015.

BURKE, F. J. et al. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. **J Adhes Dent**, v. 4, n. 1, p. 7-22, 2002.

CHEN, C. et al. The fracture resistance of a CAD/CAM Resin Nano Ceramic (RNC) and a CAD ceramic at different thicknesses. **Dent Mater**, v. 30, n. 9, p. 954-962, 2014.

CHEUNG, G. C.; BOTELHO, M. G.; MATINLINNA, J. P. Effect of surface treatments of zirconia ceramics on the bond strength to resin cement. **J Adhes Dent**, v. 16, n. 1, p. 49-56, 2014

CLAVIJO, V. G. R.; SOUZA, N. C.; ANDRADE, M. F. IPS e. Max: harmonização do sorriso. **R Dental Press Estét**, v. 4, n. 1, p. 33-49, 2007.

COLDEA, A.; SWAIN, M. V.; THIEL, N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. **Dent Mater**, v. 29, n. 4, p. 419-426, 2013.

DELLA BONA, A.; CORAZZA, P. H.; ZHANG, Y.. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. **Dent Mater**, v. 30, n. 5, p. 564-569, 2014.

DUARTE, S.; SARTORI, N.; PHARK, J. H. Ceramic-reinforced polymers: CAD/CAM hybrid restorative materials. **Curr Oral Health Rep**, v. 3, n. 3, p. 198-202, 2016.

ELDAFRAWY, M. et al. Bonding to CAD-CAM composites: an interfacial fracture toughness approach. **J Dent Res**, v. 97, n. 1, p. 60-67, 2018.

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

ELSAKA, S. E. Bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: the effect of surface treatments. **J Adhes Dent**, v. 16, n. 6, p. 531-540, 2014.

FIGUEROA, R. et al. Rehabilitation of Anterior Teeth with Ceramic Lithium Disilicate System. **Int. J. Odontostomat**, v. 8, n. 3, p. 469-474, 2014.

FRIEDERICH, R.; KERN, M. Resin bond strength to densely sintered alumina ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 15, n. 4, p. 333-338, 2002.

KERN, M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. **J Adhes Sci Technol**, v. 23, n. 7-8, p. 1097-1111, 2009.

KUMBULOGLU, O. et al. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. **Oper Dent**, v. 31, n. 2, p. 248-255, 2006.

LI, R. W. K.; CHOW, T. W.; MATINLINNA, J. P. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. **J Prosthodont Res**, v. 58, n. 4, p. 208-216, 2014.

LIU, P. R.; ESSIG, M. E. Panorama of dental CAD/CAM restorative systems. **Compend Contin Educ Dent** (Jamesburg, NJ: 1995), v. 29, n. 8, p. 482, 484, 486-8 passim, October 2008.

LOOMANS, B. A. C. et al. Effect of different surface treatment techniques on the repair strength of indirect composites. **J Dent**, v. 59, p. 18-25, 2017.

LOOMANS, B. A. C. et al. Is there one optimal repair technique for all composites?. **Dent Mater**, v. 27, n. 7, p. 701-709, 2011.

MAZARO, J. V. Q. et al. Monolithic ceramics: myth, reality, or just another clinical option. **Pro-Odonto**. v. 4, p. 9-47, 2016

MESMAR, S.; RUSE, N. D. Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Resin Cement—Lithium-Disilicate/Resin-Composite Blocks. **J Prosthodont**, v. 00, p. 1-9, 2017.

NAGAI, T. et al. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. **J Oral Rehabil**, v. 32, n. 8, p. 598-605, 2005.

NISHIGAWA, G. et al. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. **Dent Mater J**, v. 27, n. 6, p. 842-848, 2008.

OYAGÜE, R. C. et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dent Mater**, v. 25, n. 2, p. 172-179, 2009.

ÖZCAN, M.; VOLPATO, C. Â. Surface conditioning and bonding protocol for polymer-infiltrated ceramic: how and why?. **J Adhes Dent** v. 18, n. 2, p. 174-175, 2016.

PEUMANS, M. et al. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. **J Adhes Dent**, v. 18, n. 4, 2016.

PINI, N. P. et al. Advances in dental veneers: materials, applications, and techniques. **Clin Cosmet Investig Dent**, v. 4, p. 9-16, 2012.

RUSE ND, SADOON MJ. Resin-composite blocks for dental CAD/CAM applications. **J Dent Res** v. 93, n. 12, p. 1232-1234, 2014.

SKUPIEN, J. A. et al. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. **Braz Oral Res**, v. 29, n. 1, p. 1-8, 2015.

SOARES, E. S. et al. Tratamento de superfície de cerâmica pura para cimentação com cimentos resinosos. **Rev Odontol UNESP**, v. 38, n. 3, p. 154-60, 2009.

SPITZNAGEL, F. A. et al. Adhesive Bonding to Hybrid Materials: An Overview of Materials and Recommendations. **Compend Contin Educ Dent** (Jamesburg, NJ: 1995), v. 37, n. 9, p. 630-637, 2016.

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

TIAN, T. et al. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dent Mater**, v. 30, n. 7, p. e147-e162, 2014.

VALANDRO, L. F. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. **Int J Prosthodont**, v. 20, n. 1, 2007.

VALENTE, L. L. et al. Repair bond strength of dental composites: systematic review and meta-analysis. **Int J Adhes. Adhes.**, v. 69, p. 15-26, 2016.

WIEGAND, A. et al. Repairability of CAD/CAM high-density PMMA-and composite-based polymers. **Clin Cosmet Investig Dent**, v. 19, n. 8, p. 2007-2013, 2015.

WILDGOOSE, D. G.; JOHNSON, A.; WINSTANLEY, R. B. Glass/ceramic/refractory techniques, their development and introduction into dentistry: A historical literature review. **J Prosthet Dent**, v. 91, n. 2, p. 136-143, 2004.

WOLFART, M. et al. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. **Dent Mater**, v. 23, n. 1, p. 45-50, 2007.

YANG, B.; BARLOI, A.; KERN, M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. **Dent Mater**, v. 26, n. 1, p. 44-50, 2010.