

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

**Flavia Braga de Oliveira**

Efeito do tratamento de superfície na resistência e nas características microestruturais e topográficas de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia

Juiz de Fora  
2023

**Flavia Braga de Oliveira**

Efeito do tratamento de superfície na resistência e nas características microestruturais e topográficas de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia

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

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dra. Fabíola Pessoa Pereira Leite

Co-orientador: Prof. Dr. Jean Soares Miranda

Juiz de Fora

2023

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Braga de Oliveira, Flavia.

Efeito do tratamento de superfície na resistência e nas características microestruturais e topográficas de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia / Flavia Braga de Oliveira. 2023.

44 p.

Orientadora: Fabíola Pessoa Pereira Leite

Coorientador: Jean Soares Miranda

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, 2023.

1. trabalho acadêmico. I. Pessoa Pereira Leite, Fabíola, orient. Soares Miranda, Jean, coorient. III. Título.

**Flavia Braga de Oliveira**

**Efeito do tratamento de superfície na resistência e nas características microestruturais e topográficas de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia**

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

Aprovada em 25 de setembro de 2023.

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Fabíola Pessôa Pereira Leite** - Orientadora e Presidente da Banca  
Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF

**Prof. Dr. Jean Soares Miranda** - Coorientador  
Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF - *Campus* Governador Valadares

**Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Carolina Oliveira de Lima** - Membro titular interno  
Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF - *Campus* Governador Valadares

**Prof. Dr. Aldir Nascimento Machado** - Membro titular externo  
Universidade Federal Fluminense - UFF

Juiz de Fora, 24/08/2023.



Documento assinado eletronicamente por **Fabiola Pessoa Pereira Leite, Professor(a)**, em 25/09/2023, às 15:30, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Carolina Oliveira de Lima, Professor(a)**, em 25/09/2023, às 15:32, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **ALDIR NASCIMENTO MACHADO, Usuário Externo**, em 25/09/2023, às 15:36, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Jean Soares Miranda, Servidor(a)**, em 25/09/2023, às 15:37, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no Portal do SEI-Ufjf ([www2.ufjf.br/SEI](http://www2.ufjf.br/SEI)) através do ícone Conferência de Documentos, informando o código verificador **1428693** e o código CRC **ED2B0F03**.

## **AGRADECIMENTOS**

Que trajetória árdua, mais uma vitória alcançada. 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 de seu diretor, Prof. Dr. Marcio José da Silva Campos. Ao programa da Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, coordenado pelo Prof. Dr Bruno Salles Sotto Maior.

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.

À minha orientadora Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Fabiola Pessoa Pereira Leite e ao meu Co-Orientador Prof Dr Jean Soares Miranda por todo o apoio, atenção, e dedicação na orientação desse trabalho. A minha amiga, parceira dessa jornada Larissa, por toda paciência, cumplicidade e amizade nesses anos juntas. Aos meus amigos SR 3mil.0 por toda paciência, por nunca soltarem minha mão e por me acolherem de uma forma incrível.

Aos meus pais e meu irmão, 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. E ao Henrique pelo apoio, parceria e paciência. Muito obrigada a todos!

## RESUMO

O objetivo desse trabalho foi avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia, submetida ao estresse por fadiga mecânica. Foram obtidas 54 amostras em formato de disco de 12 milímetros de diâmetro por 1,2 milímetro de espessura, divididos em três grupos (n=18): Ácido fluorídrico 5% por 20 segundos e silano (HF20); Ácido fluorídrico 5% por 60 segundos e silano (HF60) e aplicação de primer cerâmico (P). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises qualitativas complementares. As amostras foram cimentadas ao G10 com 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), espectrometria por energia dispersiva (EDS), e posteriormente submetidas ao teste de dureza e análise de ângulo de contato. Os dados obtidos nesse estudo foram submetidos ao modelo estatístico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparação múltipla de Tukey. Todos os testes demonstraram diferenças e estatísticas entre os grupos utilizados ( $P < 0,05$ ), sendo o tratamento de superfície com ácido fluorídrico por 20s o mais indicado. Sendo assim, conclui-se que o tratamento de superfície altera a rugosidade, a resistência, a dureza e o ângulo de contato da cerâmica envolvida, e que os tratamentos de superfície com melhores resultados foram os grupos HF20 e P.

Palavras-Chaves: Materiais dentários, cerâmicas dentais, resistência a flexão biaxial

## ABSTRACT

The objective of this work was to evaluate the influence of surface treatment on the biaxial flexural strength of zirconia reinforced lithium disilicate ceramics, submitted to mechanical fatigue stress. Were obtained 54 disc-shaped samples of 12 millimeters in diameter by 1.2 millimeters in thickness, divided into three groups (n=18): 5% hydrofluoric acid for 20 seconds and silane (HF20); Hydrofluoric acid 5% for 60 seconds and silane (HF60) and application of ceramic primer (P). Additionally, three samples were included in each group for the purpose of complementary qualitative analyses. The samples were cemented to G10 with Relyx u200 resin cement (3M ESPE) after each surface treatment and were submitted to the mechanical cycling test for  $1.0 \times 10^6$  cycles and then to the biaxial flexion test (ISO 6872) immersed in water. The samples assigned to qualitative analyses were submitted to optical profiling, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectrometry (EDS), and subsequently submitted to hardness test and contact angle analysis. The data obtained in this study were submitted to the statistical model of analysis of variance (ANOVA) and Tukey's multiple comparison test. All tests showed statistical differences between the groups used ( $P < 0.05$ ), being the surface treatment with hydrofluoric acid for 20s the most suitable. Thus, it is concluded that the surface treatment alters the roughness, strength, hardness and contact angle of the ceramic involved, and that the surface treatments with better results were the HF20 and P groups.

Keywords: Dental materials, dental ceramics, biaxial flexural resistance



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Blocos de dissilicato de lítio reforçado com zircônia (Celtra Duo, Dentsply – Sirona .....	15
Figura 2 - Máquina de corte (CutMaster) e disco de corte diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA).....	16
Figura 3 - Diâmetro do disco e espessura do disco.....	16
Figura 4 - Delineamento dos grupos.....	17
Figura 5 - ERIOS, Modelo: ER-11000 - Simulador de fadiga.....	19
Figura 6 - Dispositivo metálico para fixação das amostras no equipamento.....	20
Figura 7 - Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada.....	20
Figura 8 - Plataforma de alumínio (stub) do MEV com amostras posicionadas.....	21
Figura 9 - Microdurometro com amostra posicionada.....	23
Figura 10- Goniômetro com amostra posicionada.....	24
Figura 11 – Resultado da MEV - Microscopia de magnificação após aplicação de ácido 20S + silano.....	33
Figura 12 – Resultado da MEV - Microscopia de magnificação após aplicação de ácido 60S + silano.....	33
Figura 13 – Resultado da MEV – Microscopia de magnificação após aplicação de primer Cerâmico .....	33

## LISTA DE TABELAS E QUADROS

Quadro 1- Imagens Perfilometria .....	32
Tabela 1- Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.....	14
Tabela 2 - Espectometria por energia dispersiva.....	34
Tabela 3 – Média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial (MPa), modulo de Weibull (m), resistência característica ( $\sigma_c$ ) e respectivos intervalos de confiança (IC) 95%. Média e desvio padrão da rugosidade ( $\mu\text{m}$ ), média e desvio padrão do Ângulo de Contato ( $^\circ$ ) e média e desvio padrão da dureza.....	34

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AL	Alumínio
C	Carbono
HF	Ácido fluorídrico
HZ	Hertz
K	Potássio
MEP	Monobond Etch & Prime
Min	Minutos
MPA	Milipascal
O	Oxigênio
S	Segundos
Si	Silício
Zr	Zircônio

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	11
2	PROPOSIÇÃO .....	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS .....	14
	3.1 Obtenção amostras .....	15
	3.2 Delineamento dos grupos .....	17
	3.3 Cimentação das amostras .....	18
	3.4 Fadiga Mecânica .....	19
	3.5 Ensaio de resistência à flexão biaxial .....	20
	3.6 Perfilometria óptica .....	21
	3.7 Microscopia eletrônica de varredura (mev) e espectrometria por energia dispersiva (eds).....	21
	3.8 Dureza.....	22
	3.9 Análise do ângulo de contato .....	23
	3.10 Análises estatísticas .....	24
4	ARTIGO .....	26
5	CONCLUSÃO .....	40
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	40

## 1 INTRODUÇÃO

A evolução dos sistemas informatizados, como por exemplo o CAD/CAM (computer aided design/computer aided manufacture) para a confecção de restaurações dentárias associada ao desenvolvimento de novas cerâmicas odontológicas com melhores propriedades mecânicas e estéticas, causou uma mudança importante no fluxo de trabalho de dentistas e técnicos em prótese, bem como nas opções de tratamento oferecidas aos pacientes (Da Silva Lucas et al 2020). Entre as vitrocerâmicas, o dissilicato de lítio é uma material de escolha principalmente de restaurações estéticas anteriores, pois apresenta alta taxa de resistência a fratura e grande propriedade estética (Melo, 2017). No entanto, o mercado apresentou variações do dissilicato de lítio, como os dissilicatos de lítio infiltrados por zircônia. Essas cerâmicas possuem os cristais mais arredondados do que os de dissilicato de lítio (Ramos, 2016), são à base de dissilicato de lítio e contém dióxido de zircônia . Essas são fabricadas em blocos CAD/CAM parcialmente cristalizados e possuem propriedades ópticas e mecânicas também favoráveis devido à essa microestrutura refinada e homogênea (Da Cunha et al., 2015). O alto percentual de cerâmica vítrea confere qualidades estéticas, no polimento e na usabilidade (Kruger et al., 2013). Essas cerâmicas podem ser indicadas para coroas unitárias sobre implante, onlays e coroas unitárias anteriores e posteriores sobre dente (Rinke et al., 2015; Elsaka e Elnaghy 2016; Riquieri et al., 2018).

Apesar das muitas características agradáveis das cerâmicas odontológicas, a fratura é uma das mais frequentes causas de perda das restaurações (ALTAOLAS E ERGUN 2018), podendo ser ela influenciada pela etapa de tratamento de superfície da região interna das restaurações cerâmicas. Dito isso, sabe-se que o condicionamento das cerâmicas com ácido fluorídrico (HF) 5% de 20 a 40 segundos, associado a aplicação do monômero silano, apresenta excelente capacidade adesiva quando utilizado clinicamente (Sato et al., 2016). Já a utilização do primer cerâmico que condiciona a superfície em uma única etapa, tem sido utilizada como alternativa ao tratamento convencional com o HF, visto que esse último pode degradar excessivamente a matriz vítrea cerâmica. Algumas vantagens são observadas com a utilização do primer em comparação ao HF, como menor toxicidade, (El-Damhoury E Gaintantzopoulou, 2018) e simplificação da técnica (Murillo Gómez E De Góes, 2019).

Visto isso, é importante que se conheça as propriedades mecânicas dos materiais a serem indicados para cada caso, visando função e longevidade ao paciente. Na literatura há poucos trabalhos avaliando a resistência biaxial das cerâmicas, quando estas estão cimentadas à algum substrato, não sendo assim possível analisar o comportamento do material a partir de sua qualidade de adesão após cimentação. O objetivo do presente trabalho foi avaliar a influência do tipo de tratamento de superfície na flexão biaxial, na rugosidade, na molhabilidade, na dureza e na microestrutura de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia cimentada em uma resina epóxi análoga a dentina após diferentes tipos de condicionamento, sendo eles: aplicação de HF 5% por 20s, HF 5% por 60s e aplicação de primer cerâmico. A hipótese nula seria de que o tratamento de superfície de escolha não interferiria nos resultados dos testes realizados.

## **2 PROPOSIÇÃO**

### **2.1 Objetivo geral:**

Avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial, na rugosidade, na molhabilidade, na microestrutura e na dureza de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçado com zircônia cimentadas a um análogo de dentina.

### **2.2 Hipóteses nulas:**

As hipóteses nulas testadas foram que o tratamento de superfície, independentemente do tipo não influenciaria:

- 1) Na resistência à flexão biaxial;
- 2) Na rugosidade de superfície;
- 3) Na microestrutura;
- 4) Na dureza;
- 5) E na molhabilidade.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

A tabela 1 mostra os materiais usados no estudo, juntamente com suas marcas comerciais, tipos de materiais, lotes e fabricantes.

Tabela 1 – Informações sobre os materiais utilizados (nome comercial, tipos de material, fabricantes e lotes)

<b>Nome Comercial</b>	<b>Tipo de material</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Lote</b>
<b>Celtra Duo</b>	Dissilicato de Lítio reforçado por zircônia	Dentsply	<b>16007295</b>
<b>RelyXCeramic Primer</b>	Silano	3M ESPE	<b>NA56502</b>
<b>Condac Porcelana</b>	Ácido Hidrofluorídrico a 10%	FGM	<b>171116</b>
<b>Single Bond Universal</b>	Adesivo	3M	<b>210420076 1</b>
<b>Cimento RelyX U200</b>	Cimento resinoso Autocondicionante / Autoadesivo	3M ESPE	<b>213360037 7</b>
<b>G10</b>	Resina epóxi reforçada com fibras de vidro	Nema Grade	
<b>Monobond Etch and Prime</b>	<b>Primer cerâmico</b>	<b>IvoclarVivadent</b>	<b>Z01XNX</b>

Fonte: elaborado pela autora



### 3.1 Obtenção das amostras:

Blocos de dissilicato de lítio reforçado com zircônia (Celtra Duo, Dentsply, Sirona, Hanau, Wolfgang, Alemanha) foram adaptados com um dispositivo extra em sua extremidade livre visando melhor manuseio do mesmo para o arredondamento e obtenção de cilindros com 12 mm de diâmetro (Figura 1). Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) com um disco de corte diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA) a uma velocidade de 375 rpm e refrigeração à água, esses cilindros foram fatiados para obtenção de 54 discos (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura – ISSO 6872) (Figura 2) e depois, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240, 400, 600 e 1200. Todos os discos cerâmicos foram submetidos a um ciclo de cristalização, realizado no forno (Programat EP5000, Ivoclar Vivadent), de acordo com as recomendações de temperatura fornecidas pelo fabricante. Após a cristalização eles tinham suas dimensões novamente mensuradas com paquímetro digital (Paquímetro Digital, Pró-Fono, Carapicuíba, SP, Brasil) (figura 3)

O poliepóxido (G10) arredondado foi apoiado em um aparato metálico redondo de 12mm e foi cortado afim de se obter 54 amostras de 12mm de diâmetro e 2,3mm de espessura. Após cortados, os discos foram polidos com lixas de carbeto de silício de granulação 240, 400, 600 e 12000 em uma Lixadeira. As amostras de dissilicato de lítio reforçadas com zircônia com finalidade de testes microestruturais também foram polidas e submetidas a refrigeração por um tempo variável, com objetivo de conferir brilho superficial e remover riscos aparentes.

Figura 1 – Blocos de dissilicato de lítio reforçado com zircônia



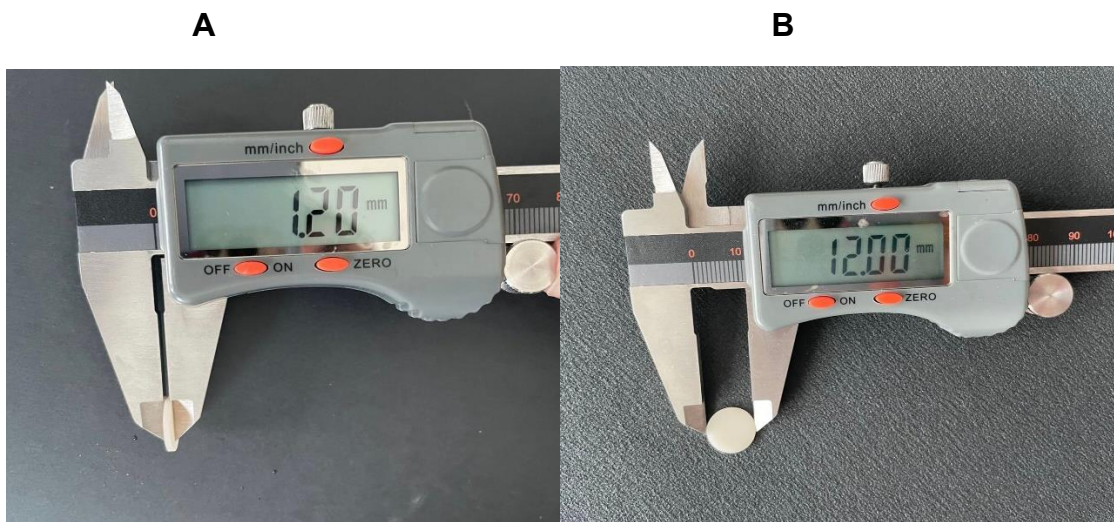
Fonte: elaborado pela autora (2023)

Figura 2 – Máquina de corte e disco de corte diamantado montados para fatiar o cilindro de cerâmica em discos.



Fonte: elaborado pela autora (2023)

Figura 3 – Diâmetro (A) e espessura (B) do disco



Fonte: elaborado pela autora (2023)

### 3.2 Delineamento dos grupos

De acordo com os tratamentos de superfícies realizados, as amostras foram divididas em 3 grupos (n =15). São eles: grupo 1: ácido hidrófluorídrico 5% por 20 segundos (HF20), grupo 2: ácido hidrófluorídrico 5% por 60 segundos (HF60) e grupo 3: aplicação do primer cerâmico (P).

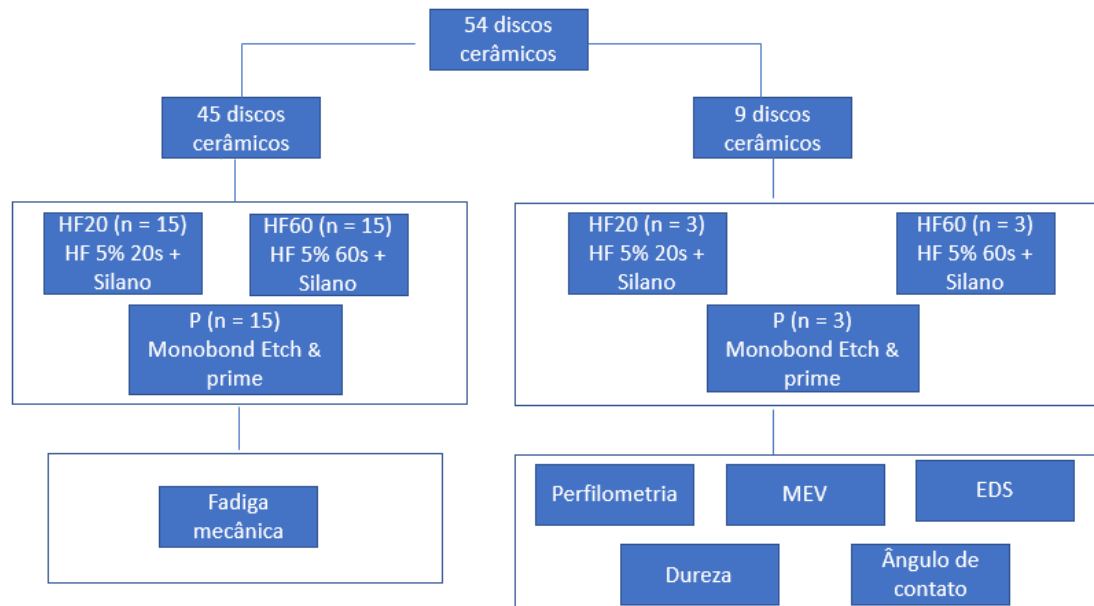
O primeiro grupo teve uma de suas superfícies condicionadas com ácido hidrófluorídrico 5% (FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil) por 20s. Logo após o condicionamento, cada amostra teve sua superfície lavada com spray ar-água por 40s. Após a secagem com jato de ar por 20s, foi aplicada ativamente uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN, EUA) com uso de um aplicador microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60s. (figura 5).

O segundo grupo teve uma de suas superfícies condicionadas com ácido hidrófluorídrico 5% (FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil) por 60s. Logo após o condicionamento, cada amostra teve sua superfície lavada com spray ar-água por 120s. Após a secagem com jato de ar por 20s, foi aplicada ativamente uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN, EUA) com uso de um aplicador microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60s.

O terceiro grupo recebeu o tratamento de superfície com o primer cerâmico por 20 segundos, aguardou-se 40 segundos para lavar a amostra com água por 10 segundos.

O G10 (NEMA G10), foi lavado com spray ar-água por 10s, seca, recebeu aplicação do adesivo Single Bond Universal (3M Espe, Sumaré, SP. Brasil) com uso de um aplicador Microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e foi fotoativada por 20s.

Figura 4 – Delineamento dos grupos



### 3.3 Cimentação das amostras

A cimentação foi realizada da mesma forma para todos os grupos. Os discos de resina epóxi foram preparados apenas com a aplicação do adesivo universal (Single Bond Universal, St Paul, MN, EUA) com um microbrush de tamanho regular (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). O cimento resinoso dual utilizado para cimentação das amostras foi o RelyX Ultimate (3M ESPE, St Paul, MN, EUA), seguindo as recomendações do fabricante; foi inserido imediatamente sobre o centro da superfície de cerâmica, posicionado sobre o disco de resina epóxi e coberto com uma tira transparente de poliéster e uma lâmina de vidro, tendo uma carga de 750 g sido aplicada no centro do conjunto, para que ocorresse o escoamento e a regularização do cimento por toda a superfície da cerâmica.

Após a remoção do excesso de agente cimentante com um microbrush tamanho regular (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), foi fotoativado com fotopolimerizador VALO por 20s sobre a face cerâmica das amostras e adicionalmente mais 20s em cada lado da interface. Após cimentação as amostras foram deixadas na estufa com água destilada, à 37° C durante 24h.

### 3.4 Fadiga mecânica

Em um equipamento de simulação de fadiga mecânica as quinze amostras de cada grupo foram submetidas ao ensaio de ciclagem mecânica imersas em água a 37°. Esse equipamento apresenta 10 locais de ciclagem, permitindo ciclar 10 amostras de uma só vez, sob o mesmo modo (Figura 5). Cada amostra foi submetida a um milhão e duzentos mil ciclos com carga fixa, projetada na parte central por um pistão de aço com ponta arredondada, 50 N de força e frequência de 4 HZ.

Foi usado para fixar as amostras no equipamento um dispositivo metálico de 41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura, onde na sua parte superior haviam 3 esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas com distancias iguais de 10 mm entre os centros, de acordo com a norma ISO 6872. (Figura 6).

Figura 5 - ERIOS, Modelo: ER-11000 - Simulador de fadiga



Fonte: elaborado pela autora (2023)

Figura 6 – Dispositivo metálico para fixação das amostras no equipamento



Fonte: elaborado pela autora (2023)

### 3.5 Teste de resistência a flexão biaxial

As 45 amostras foram submetidas ao teste de resistência em máquina de ensaio universal (Bio, BioPDI) a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kg até o momento da fratura catastrófica. Para execução do teste de flexão biaxial, foi usado um aparato metálico de 41,5 mm de diâmetro, 25 mm de altura, sendo que em sua face superior possuía três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas com distâncias iguais de 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872. Esse aparato foi colocado em um recipiente metálico com diâmetro de 42 mm e 31 mm de altura imerso em água durante todo o ensaio.

Após fraturarem os dados obtidos foram colocados na equação abaixo, também de acordo com a norma ISO6872, para cálculo da resistência à flexão biaxial.

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

Onde: S = Força máxima de tensão em MPa; P = Total de carga capaz de levar à fratura em Newton; d = Espessura da amostra no local da fratura em milímetros.

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

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

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

Onde:

V= Razão de Poisson

R1= Raio de círculo em mm

R2= Raio da área da carga em mm

R3= Raio da amostra em mm

D= Espessura da amostra na origem da fratura em mm

### 3.6 Perfilometria óptica

Três discos de cada grupo os quais não foram cimentados, mas apenas tiveram sua superfície tratada, foram utilizados para realização do teste de rugosidade. O perfilômetro óptico digital Wyko Modelo NT 1100, foi ligado à um computador com software de imagem Vision 32 para obtenção da micrografia de superfície (análise qualitativa 3D) e aferição da rugosidade superficial (Figura 7). A rugosidade Ra foi aferida em quatro regiões distintas de uma mesma amostra (norte, sul, leste e oeste) a uma distância de 1,6 mm com a velocidade de 0,05 mm/s.

Figura 7 – Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-NPE)



Fonte: elaborado pela autora (2023)

### **3.7 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)**

As amostras foram limpas com álcool 70% e escova dental. Após foram lavadas na Lavadora Ultrassônica Cristófoli por 8 minutos, limpas com acetona 60% também por 8 minutos e secas com papel absorvente em temperatura ambiente e então colocadas no stub (plataforma de alumínio) coladas com uma fita condutora dupla face de carbono e liga de ouro (Figura 8). Após isso, as amostras foram levadas em Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN (modelo MIRA3) em alto vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD. Foi feita a análise de superfície e quantificação do tamanho médio dos grãos, com aumento de 100x, 500x, 2000x e 10.000x.

Para a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico foi utilizada a análise em Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). O espectrômetro EDS trabalhou acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV TESCAN modelo MIRA3, Kohoutovice, República Tcheca) e utilizando o sistema EDS da Oxford Instruments (modelo X-MAXN, Abingdon, Oxfordshire, Inglaterra) com software AZ tec Live (Abingdon, Oxfordshire, Inglaterra). As aferições de cada amostra foram feitas a uma distância de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Para cada área avaliada da amostra ( $1\text{mm}^2$ ) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100s.

Figura 8 - Plataforma de alumínio (stub) do MEV com amostras posicionadas



Fonte: elaborado pela autora (2023)

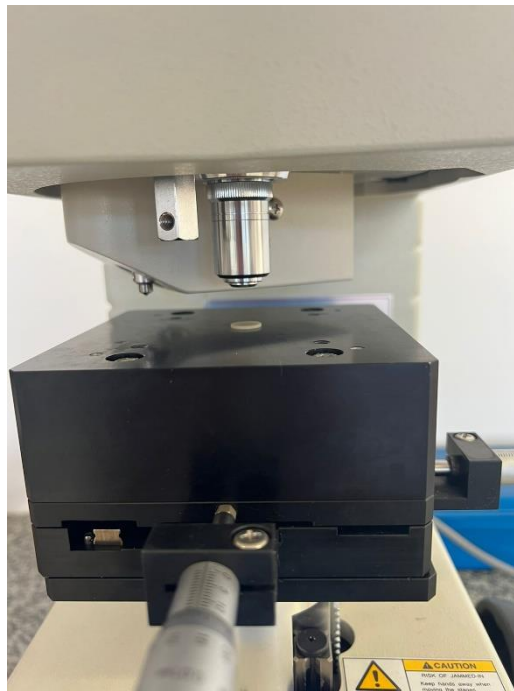
### 3.8 Dureza

Para realizar o ensaio de dureza, foram usadas três amostras de cada grupo, que foram condicionadas, mas não foram cimentadas, com a superfície caracterizada exposta. As amostras foram polidas em lixas de granulação 500x, 2.000x e 10.000x e sob refrigeração a água. Após esse procedimento, foram limpas em álcool isopropílico em banho ultrassônico por 5 minutos. As amostras foram colocadas em um endentador, que é um diamante em forma piramidal, produzindo uma edentação que tem o formato de pirâmide. Foi realizado o teste de dureza Knoop (KHN- NIST), que é a razão entre a carga aplicada no endentador P(kgf) e a área projetada não



recuperada por  $\text{mm}^2$ , a uma carga de 300g de força por 15s em três diferentes áreas da amostra e posteriormente foi feita a média da dureza de cada amostra. Os dados da microdureza foram calculados através do valor de aplicação de força, o comprimento da diagonal, e o ângulo entre as faces opostas do endentador. Foram feitas cinco aferições por corpo de prova.

Figura 9- Amostra posicionada no microdurômetro



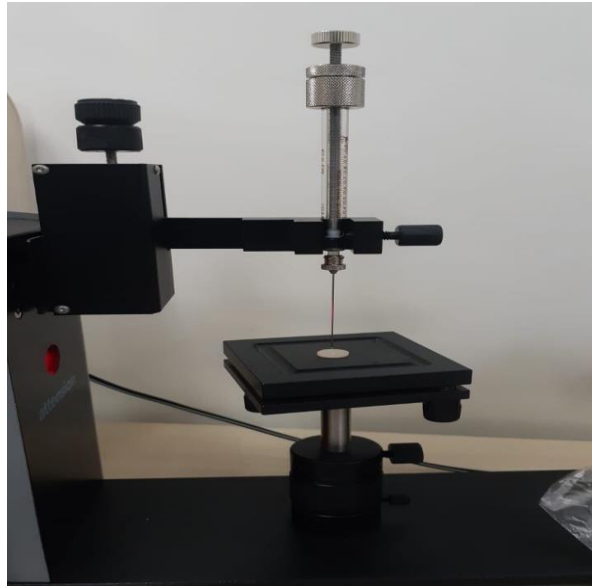
Fonte: elaborado pela autora (2023)

### **3.9 Medida da Energia de Superfície (Análise do ângulo de contato/molhabilidade):**

Para análise do ângulo de contato, foram usados os mesmos três corpos de prova extras que foram condicionados, mas não cimentados de cada grupo. O ângulo de contato foi medido por um goniômetro Ramé Hart-Inc, um equipamento estilo bancada óptica que engloba um transferidor interno para leitura, calibrando em incrementos de um grau, em um ambiente de temperatura controlada. O goniômetro foi conectado a um computador equipado com software específico (RHI 2001 Imaging Software) e foi implementada a técnica de gota séssil. Uma gota de água destilada foi colocada sobre a superfície cerâmica usando uma seringa e o ângulo de contato foi medido por 10 segundos (30 quadros por segundo). Foram realizadas cinco medidas

para cada amostra, totalizando 15 medidas por grupo. As medidas do ângulo de contato foram efetuadas automaticamente por um sistema de análise de imagens interligado a uma unidade computadorizada utilizando-se de um software especializado (Software RHI 2001 Imaging).

Figura 10 - Goniômetro com amostra posicionada



Fonte: elaborado pela autora (2023)

### **3.10 Análises estatísticas:**

Todos os dados obtidos nesse trabalho foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, atendendo ao teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey com objetivo de comparar os valores estatísticos entre os grupos.

Foi realizada análise de Weibull para verificar a confiabilidade do teste de resistência à flexão e a uniformidade estrutural do material, com intervalo de confiança de 5%.

Foram utilizados os programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, GraphPad, 2012), e nível de significância de 5%.

A análise estatística de dureza e da análise do ângulo de contato foram aplicados o teste de ANOVA ( $p \leq 0,05$ ) e em seguida teste de Tukey para revelar entre quais grupos houve diferença.

## 4 ARTIGO

### EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA E NAS CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS E TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO REFORÇADA COM ZIRCÔNIA

#### 1 INTRODUÇÃO

Com o progresso dos sistemas informatizados como exemplo o CAD/CAM (computer aided design/computer aided manufacture), usado para fabricação de peças protéticas e o surgimento de novas cerâmicas odontológicas, com características mecânicas e estéticas, houve uma mudança no modo de trabalho dos Cirurgiões-Dentistas e técnicos em prótese, e também mais opções de tratamentos oferecidos (DA SILVA LUCAS et al 2020).

Entre as vitrocerâmicas, o dissilicato de lítio é um material de grande destaque clínico devido à resistência e tenacidade à fratura adequadas, além das características óticas que contribuem a restauração da estrutura dentária (MELO, 2017).

Atualmente, o mercado apresentou variações do dissilicato de lítio, como os dissilicatos de lítio infiltrados por zircônia. Essas cerâmicas apresentam os cristais mais arredondados do que os de dissilicato de lítio (RAMOS, 2016), são à base de dissilicato de lítio e contém dióxido de zircônia também, tendo como exemplo comercial o Celtra Duol da Dentsply. Essas cerâmicas são confeccionadas em blocos CAD/CAM relativamente cristalizados e características óticas e mecânicas também favoráveis devido à essa microestrutura apurada e homogênea (DA CUNHA et al., 2015). O alto percentual de cerâmica vítrea confere qualidades estéticas, no polimento e na usinabilidade (KRUGER et al., 2013). Essas cerâmicas podem ser indicadas para coroas unitárias sobre implante, onlays e coroas unitárias anteriores e posteriores sobre dente (RINKE et al., 2015; ELSAKA e ELNAGHY 2016; RIQUIERI et al., 2018).

Apesar das muitas características agradáveis das cerâmicas odontológicas, a fratura é uma das mais frequentes causas de perda das restaurações (ALTAOLAS e ERGUN 2018), podendo ser ela influenciada pela etapa de tratamento de superfície da região interna das restaurações cerâmicas. Dito isso, sabe-se que o

condicionamento das cerâmicas com ácido fluorídrico 5% de 20 a 40 segundos, associado a aplicação do monômero silano, apresenta excelente capacidade adesiva quando utilizado clinicamente (SATO et al., 2016). Já a utilização do primer cerâmico que condiciona a superfície em uma única etapa, tem sido utilizada como alternativa ao tratamento convencional com o HF, visto que esse último pode degradar excessivamente a matriz vítrea cerâmica. Algumas vantagens são observadas com a utilização do primer em comparação ao HF, como menor toxicidade, (EL-DAMANHOURY E GAINANTZOPOULOU, 2018) e simplificação da técnica (MURILLO GÓMEZ E DE GÓES, 2019).

Visto isso, é importante que se conheça as propriedades mecânicas dos materiais a serem indicados para cada caso, visando função e longevidade ao paciente. Na literatura há poucos trabalhos avaliando a resistência biaxial das cerâmicas, quando estas estão cimentadas à algum substrato, não sendo assim possível analisar o comportamento do material a partir de sua qualidade de adesão após cimentação. O objetivo do presente trabalho será avaliar a influência do tipo de tratamento de superfície na flexão biaxial, na rugosidade, na molhabilidade, na dureza e na microestrutura de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia cimentada em uma resina epóxi análoga a dentina após diferentes tipos de condicionamento, sendo eles: aplicação de HF 5% por 20s, HF 5% por 60s e aplicação de primer cerâmico. A hipótese nula seria de que o tratamento de superfície de escolha não interferiria nos resultados dos testes realizados.

## **2 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 Preparação das amostras**

Blocos de dissilicato de lítio reforçado com zircônia (Celtra Duo, Dentsply, Sirona, Hanau, Wolfgang, Alemanha) foram adaptados com um dispositivo extra em sua extremidade livre visando melhor manuseio do mesmo para o arredondamento e obtenção de cilindros com 12 mm de diâmetro (Figura 1). Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) com um disco de corte diamantado (Extex High Concentration; Extex, Enfield – CT, EUA) a uma velocidade de 375 rpm e refrigeração à água, esses cilindros foram fatiados para obtenção de 54 discos (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura – ISSO 6872) (Figura 2) e depois, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240,

400,600 e 1200. De acordo com a norma ISO/CD 32 6872 Todos os discos cerâmicos foram submetidos a um ciclo de cristalização, realizado no forno específico de acordo com as recomendações de temperatura fornecidas pelo fabricante. Após a cristalização eles tinham suas dimensões novamente mensuradas com paquímetro digital (Paquímetro Digital, Pró-Fono, Carapicuíba, SP, Brasil)

A resina epóxi (NEMA G10), foi aderida a um dispositivo metálico cilíndrico de 12mm e foi fatiada da mesma maneira para obtenção de 54. Posteriormente os discos foram polidos com lixas de carbetto de silício de granulação 240, 400, 600 e 12000 em uma Lixadeira (Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma) e obtiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 2,3 mm de espessura. As amostras com finalidade de testes microestruturais também foram polidas e submetidas a refrigeração por um tempo variável, com objetivo de conferir brilho superficial e remover riscos aparentes.

## **2.2 Delineamento dos grupos**

Foram geradas 54 amostras, foram realizados 3 tratamentos de superfície (n=15): condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos seguido da aplicação do silano (HF20), condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 60 segundos seguido da aplicação do silano (HF20), e aplicação de um primer cerâmico (P).

Posteriormente, 3 amostras foram englobadas em cada grupo com objetivo de análises qualitativas complementares, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica.

## **2.3 Cimentação**

Utilizamos o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE) seguindo as indicações do fabricante, onde foi colocado no meio da superfície da amostra e coberto com uma tira transparente. Foi aplicado uma carga de 750g afim de espalhar todo o cimento e em seguida fotoativado por 60s sobre a superfície contraria do material e mais 60s em cada lado da amostra, com auxílio do aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO com intensidade de 1400mW/cm<sup>2</sup>. Após cimentadas, as amostras foram deixadas em água destilada em uma estufa à 37°C durante 24h.

## **2.4 Testes**

### **2.4.1 Fadiga Mecânica**

As amostras foram levadas ao teste de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS) por  $1,2 \times 10^6$  ciclos com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. A força foi aplicada no meio das amostras por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm, na face oposta à que recebeu os tratamentos de superfície.

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

As amostras foram levadas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC). Uma ponta de tungstênio de base plana exerceu uma carga crescente no meio da face contrária à tratada (área de compressão), a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kgf até o momento da fratura catastrófica

### **2.4.3 Perfilometria óptica**

As três amostras que receberam tratamento de superfície foram usadas nesse teste. O Perfilômetro óptico digital (Wyko) foi conectado a um computador com software de imagem (Vision 32) para a obtenção de micrografias de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e medição da rugosidade superficial. O *software* usado para obtenção das imagens fornece dados de média aritmética (Ra), baseando-se em picos e vales presentes na área analisada.

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

Foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN MIRA 3 em alto vácuo e com ajuda de detector de elétrons secundários ETD, para a verificar a superfície e quantificar o tamanho médio dos grãos, com aumento de 10.000x.

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

Foi feita a análise dos elementos químicos presentes na amostra por meio da Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). O EDS funciona ligado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) usando o sistema da OXFORD INSTRUMENTS (modelo X-MAXN) com *software* AZtec Live. As leituras de cada amostra, foram feitas a uma distância de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi feita aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

#### **2.4.6 Dureza**

Três corpos de prova extras não cimentados de cada grupo após serem tratadas foram colocadas em um endentador, que é um diamante em forma piramidal, produzindo uma edentação que tem o formato de pirâmide. Foi realizado o teste de dureza Knoop (KHN- NIST), que é a razão entre a carga aplicada no endentador P(kgf) e a área projetada não recuperada por mm<sup>2</sup>, a uma carga de 300g de força por 15s em três diferentes áreas da amostra e posteriormente foi feita a média da dureza de cada amostra. Os dados da microdureza foram calculados através do valor de aplicação de força, o comprimento da diagonal, e o ângulo entre as faces opostas do endentador. Foram feitas três aferições por corpo de prova.

#### **2.4.7 Medida da Energia de Superfície (Análise do ângulo de contato/molhabilidade):**

Foram usados os mesmos três corpos de prova extras que foram condicionados mas não cimentados de cada grupo. O ângulo de contato foi medido por um goniômetro (Ramé Hart) um equipamento do tipo bancada óptica que engloba um transferidor interno para leitura, calibrando em aumento de um grau, em um ambiente de temperatura controlada. O goniômetro foi conectado a um computador equipado com software específico (RHI 2001 Imaging Software) e foi implementada a técnica de gota séssil. Uma gota de água destilada foi colocada sobre a superfície cerâmica usando uma seringa e o ângulo de contato foi medido por 10 segundos (30



quadros por segundo). Foram realizadas cinco medidas para cada amostra, totalizando 15 medidas por grupo. As medidas do ângulo de contato foram efetuadas automaticamente por um sistema de análise de imagens interligado a uma unidade computadorizada utilizando-se de um software especializado (Software RHI 2001 Imaging).

## **2.5 Análises estatísticas**

Todos os dados obtidos nesse trabalho foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, atendendo ao teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey com objetivo de comparar os valores estatísticos entre os grupos.

Foi realizada análise de Weibull para verificar a confiabilidade do teste de resistência à flexão e a uniformidade estrutural do material, com intervalo de confiança de 5%.

Foram utilizados os programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, GraphPad, 2012), e nível de significância de 5%.

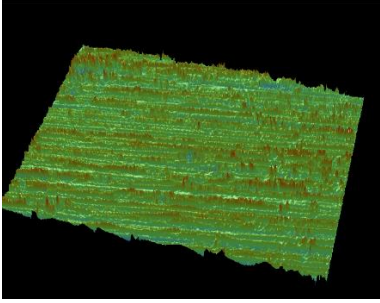
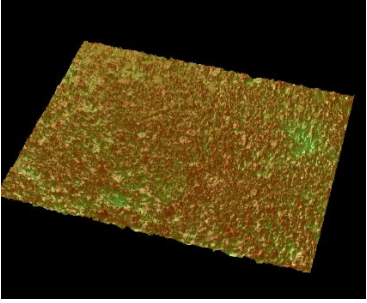
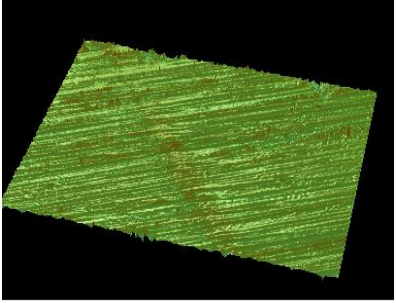
A análise estatística de dureza e da análise do ângulo de contato foram aplicados o teste de ANOVA ( $p \leq 0,05$ ) e em seguida teste de Tukey para revelar entre quais grupos houve diferença.

## **3 RESULTADOS**

### **3.1 Perfilometria:**

Nas imagens da perfilometria as áreas em vermelho indicam picos, as áreas em azul representam vales e as regiões em verde representam zonas neutras e observou-se padrões diferentes topografia superficial. Com relação ao tempo de condicionamento, o grupo HF60 teve um aumento no número de picos e vales da cerâmica, já nos grupos HF20 e P vemos uma topografia de superfície mais homogênea.

Quadro 1- imagens perfilometria

TIPO DE TRATAMENTO		
Ácido 20S + silano	Ácido 60S + silano	Primer Cerâmico
		

Fonte: elaborado pela autora (2023)

### 3.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Nas imagens em MEV-FEG dos espécimes de dissilicato de lítio reforçados com zircônia, as microscopias obtidas após o condicionamento com ácido fluorídrico evidenciaram o aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e a exposição dos demais conteúdos que compõem os materiais, como os cristais de dissilicato (D), de leucita (L) ou o composto (H), de acordo com o material analisado. A dissolução é observada nos grupos HF20, e torna-se ainda mais evidente no grupo HF60. Já para o grupo P no qual foi aplicado o *primer* cerâmico autocondicionante – MonoBond Etch e Prime, observa-se imagem diferente, uma vez que há uma homogeneidade maior de superfície, devido a uma dissolução menor da matriz vítrea.

Figura 11 - Microscopia de magnificação após aplicação de ácido 20S + silano

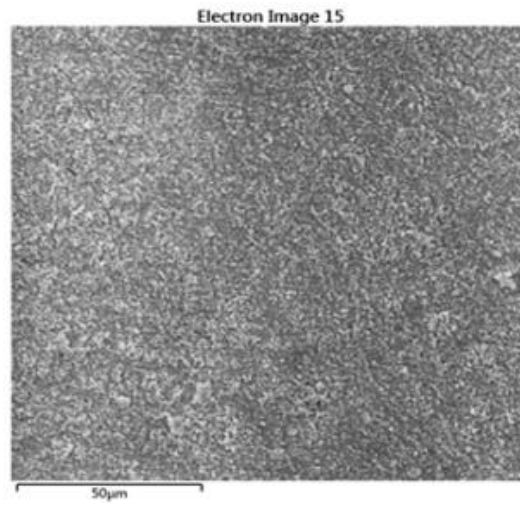


Figura 12 - Microscopia de magnificação após aplicação de ácido 60S + silano

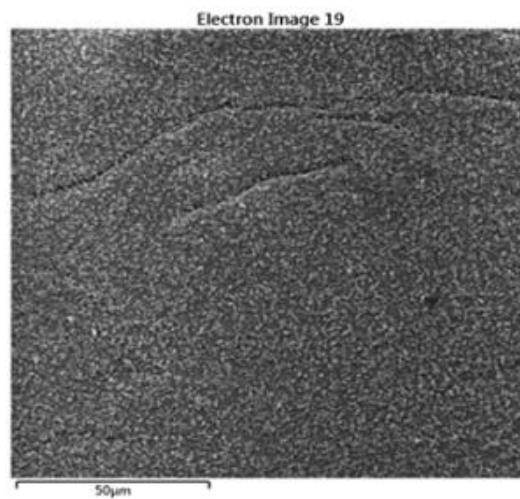
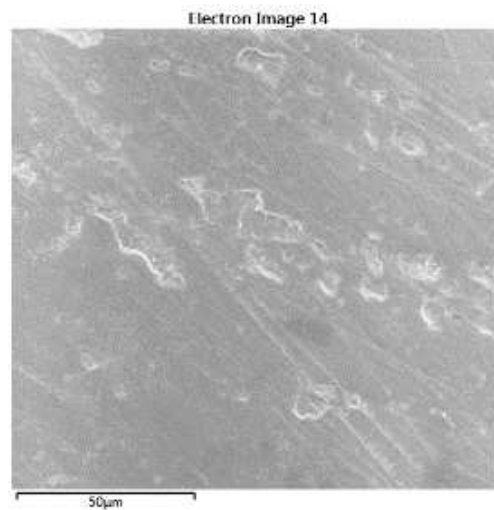


Figura 13- Microscopia de magnificação após aplicação de Primer Cerâmico



### 3.3 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Os elementos e volume em peso (%) que compõem as amostras estão descritos na tabela 3. O percentual de sílica mostrou-se elevado, e o menor percentual de sílica foi encontrado no grupo P. A quantidade de oxigênio aparece elevada em todos os grupos e aumenta significativamente no grupo P. A quantidade de alumínio é baixa e só aparece nos grupos HF20 e HF60. O potássio apareceu em baixa concentração no grupo HF60 e não apareceu nos outros grupos. Em relação ao Carbono, a quantidade se mantém praticamente a mesma para os grupos HF20 e HF60 e aumenta no grupo P. No grupo P nota-se que o Primer Cerâmico causou redução na concentração de sílica, devido ao seu potencial de dissolução de materiais.

Tabela 2 – Espectrometria por energia dispersiva

	<b>O</b>	<b>AL</b>	<b>C</b>	<b>ZR</b>	<b>K</b>	<b>Si</b>
<b>HF20</b>	49.3	1.1	12.2	8.7	0	28.7
<b>HF60</b>	49	1.2	11	9.4	1.5	27.9
<b>P</b>	60.0	0	19.3	4.4	0	16.4

Os resultados dos testes de resistência a flexão biaxial, rugosidade, ângulo de contato e dureza estão dispostos na tabela 3

Tabela 3- Média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial (MPa), modulo de Weibull (m), resistência característica ( $\sigma_c$ ) e respectivos intervalos de confiança (IC) 95%. Média e desvio padrão da rugosidade ( $\mu\text{m}$ ), média e desvio padrão do Ângulo de Contato ( $^\circ$ ) e média e desvio padrão da dureza

Grupos	N	Resistência Flexão biaxial (MPa)	Weibull (m)	95% CI for m	Weibull Characteristic strength $\sigma_c$ (MPa)	95% CI for $\sigma_c$ (MPa)	Rugosidade ( $\mu\text{m}$ )	Ângulo de Contato ( $^\circ$ )	Dureza
P	15	1274 $\pm$ 67,25 A	6,9	5,6-8,2	1304,57	1408,65 – 1200,49	0,26 $\pm$ 0,11 C	47,84 $\pm$ 5,02 B	672,3 $\pm$ 11,4 B
HF20	15	1338 $\pm$ 78,01 A	7,0	6,1-7,9	1390,39	1697,38 – 1050,39	0,46 $\pm$ 0,02 AB	27,20 $\pm$ 9,69 A	681,70 $\pm$ 34,69 C
HF60	15	1286 $\pm$ 234,40 B	6,6	6,0-7,2	1373,89	1513,52 – 1267,27	0,66 $\pm$ 0,02 B	40,29 $\pm$ 8,16 B	654,80 $\pm$ 18,27 A
		P< 0,001					P<0.01	P< 0,001	P< 0,001

### 3.4 Ensaio de resistência a flexão

Houve diferença de resistência a flexão devido aos diferentes tipos de tratamento ( $p < 0,001$ ) (Tabela 3). Os grupos HF20 e P obtiveram valores de resistência a flexão estatisticamente similares entre si e superiores aos do grupo HF60. Os resultados da análise de Weibull para cada tipo de cerâmica, indicou que os maiores valores de confiabilidade são encontrados no grupo HF20. Já os menores valores de confiabilidade foram obtidos no grupo HF60. A confiabilidade do teste de resistência à flexão biaxial está relacionada a homogeneidade estrutural do material.

### 3.5 Rugosidade

Os resultados encontrados mostram que o tipo de tratamento de superfície apresentou influência na rugosidade de superfície da cerâmica, havendo diferenças estatísticas significantes de valores médios de rugosidade ( $p < 0.01$ ). Verificou-se que apesar dos valores de rugosidade dos grupos HF60 HF20 serem similares, o grupo P obteve significativa menor rugosidade que eles (Tabela 3)

### **3.6 Dureza**

Analisando os resultados de dureza, observa-se que os diferentes tratamentos de superfície interferiram de maneira significativa sobre os valores encontrados. A média, o desvio padrão, o coeficiente de variação e a análise de ANOVA são fornecidos. A análise de ANOVA demonstra que existem diferenças significativas entre as médias dos grupos, indicando que as áreas da amostra apresentam durezas Knoop distintas. O coeficiente de determinação (R ao quadrado) indica a proporção da variabilidade total que pode ser explicada pelas diferenças nas médias das durezas Knoop. Pode-se afirmar que, de maneira geral, que o grupo HF60 apresentou o menor valor de dureza quando comparada aos demais grupos, indicando que o maior tempo de exposição ao ácido tem efeito negativo na resistência e na durabilidade da cerâmica (Tabela 3).

### **3.6 Ângulo de contato**

A análise de ANOVA mostra que existem diferenças entre as médias dos grupos, o coeficiente de determinação (R ao quadrado) indica a proporção da variabilidade total que pode ser explicada pelas diferenças nas médias dos ângulos de contato, indicando que o tratamento de superfície da cerâmica influencia o ângulo de contato da gota de água. Quando um tratamento de superfície é aplicado com o objetivo de melhorar a molhabilidade, espera-se que o ângulo de contato diminua. Isso indica que a superfície foi modificada de forma a permitir uma maior interação com o líquido, facilitando a adesão e melhorando o desempenho clínico. Sendo assim, o melhor resultado obtido foi para o grupo de HF20, ficando claro que quanto maior o tempo de condicionamento da camada de esmalte, pior a molhabilidade da superfície (Tabela 3).

## **4 DISCUSSÃO**

O estudo do desempenho mecânico dos materiais dentários é o que dá suporte para suas indicações no tratamento clínico, no caso das cerâmicas particularmente a

resistência à flexão (Lima et al., 2021). Alterações na morfologia da superfície da cerâmica podem promover uma melhor resistência de união (Sundfeld Neto et al., 2015).

Cerâmicas de dissilicato de lítio reforçadas com zircônica são sensíveis ao ácido fluorídrico e de acordo com o fabricante é indicado como padrão ouro o tratamento de superfície com ácido fluorídrico a 5% por 30 segundos + silanização. (Dentsply, Sirona, Hanau, Wolfgang, Alemanha). Recentemente foi lançado um primer cerâmico, de nome comercial Monobond Etch & Prime, com objetivo de substituir o condicionamento ácido fluorídrico + silano (IvoclarVivadent; Schaan, Liechtenstein).

Dessa forma, o objetivo do presente estudo foi verificar qual o impacto do tratamento de superfície realizado na resistência à flexão biaxial e na rugosidade de superfície, na composição microestrutural, na molhabilidade e no ângulo de contato de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia.

Avaliando os resultados desse trabalho, todas as hipóteses nulas foram rejeitadas.

Esse estudo avaliou microestruturalmente o material cerâmico, os resultados obtidos mostraram que o percentual de sílica é elevado, bem próximo ao que o fabricante relata obter 10,1% (Celtra Duo, Dentsply, Sirona, Hanau, Wolfgang, Alemanha). Sua forma cristalizada apresentou na composição química oxigênio, sílica, zircônia, alumínio e potássio igualmente aos estudos anteriores de Riquieri et al. 2018, Lawson et al., 2016, Lima et al., 2021.

No que se refere ao tempo de exposição da peça cerâmica, nos estudos de Luo et al. 2014, Liu et al., 2015; Ramakrishnaiah et al., 2016 e Siqueira et al., 2016., concluíram que o aumento do tempo de condicionamento ácido consequentemente aumentou a rugosidade superficial das cerâmicas. No presente estudo tivemos achados compatíveis, uma vez que o grupo HF60 teve na topografia da superfície condicionada a presença de picos e vales, que é o aumento da rugosidade e poros. Já as os grupos HF20 e P mostraram um padrão de condicionamento menos perceptível e menos rugoso. Esse resultado pode ser elucidado devido ao fato de que espaços vazios geram tensão e provocam insucesso da cimentação adesiva, comprometendo a longevidade das mesmas, ou seja, quanto maior a rugosidade maior a molhabilidade do agente cimentante.

Ao levar em consideração o comportamento do primer, os estudos de Guimarães et al., 2018; consideraram o primer cerâmico como uma alternativa satisfatória para substituir o condicionamento com ácido fluorídrico, pois diminui a rugosidade de superfície, diminui o tempo de cadeira, e evita possíveis efeitos colaterais, os mesmos achados foram encontrados nesse estudo, a rugosidade de superfície dos grupos tratados com primer autocondicionante foi menor do que nos grupos que receberam tratamento com HF. Sabe-se que uma superfície adequadamente porosa é fundamental para o embricamento mecânico, e que isso pode ser obtido em menores tempos de condicionamento, ou aplicando o primer cerâmico reduzindo os danos internos ao material, pois não promoveram destruições excessivas da matriz vítrea, como observado no grupo HF20 e P. (COLOMBO Et Al., 2019; MOKHTARPOUR et al., 2017. Sendo assim, podemos concluir que interface com muita rugosidade há dificuldade de penetração do cimento resinoso na superfície cerâmica, evidenciando falhas na interação, ou seja, o tempo de condicionamento da peça cerâmica interfere na cimentação.

Quanto maior for o valor do módulo de Weibull ( $m$ ), mais confiável e previsível é o material, ou seja, ele irá falhar em uma carga próxima ao valor mensurado no teste (Abernethy, R. B., 2008). Neste estudo, após análise da tabela 3, vemos que a análise de Weibull apresentou os maiores resultados para os grupos HF20 e P. O tratamento de superfície com ácido hidrófluorídrico por 20 segundos ou primer cerâmico causou danos menos agressivos, resultando em um valor maior de resistência à flexão em comparação com o grupo HF60.

Ainda há uma falta de consenso entre os autores no que se refere aos protocolos de tempo de exposição do ácido. Nos estudos de Zogheib et al, 2011, de Lyann et al., 2018; Murillo Gómez et al., 2019; e Tribst et al., 2019, o aumento no tempo de exposição ao ácido durante o tratamento de superfície das cerâmicas acarretou numa grande quebra dos componentes e maior evidencia dos poros e sulcos cerâmicos, o que modificou a adesão e diminuiu resistência das cerâmicas, os mesmos achados foram obtidos nesse estudo, pois a força de resistência à flexão da cerâmica diminuiu com o aumento do tempo de condicionamento. Esses resultados encontrados podem ser explicados devido ao fato de que, como a adesão é modificada pelo aumento de exposição do ácido, o imbricamento químico-mecânico do adesivo/silano fica comprometido, conseqüentemente, comprometendo o desempenho do mesmo ao ser submetido a forças de flexão.



De acordo com Souza, 2020, o ângulo de contato reflete a molhabilidade de uma superfície, ou seja, o quanto o material líquido se espalha, penetrando nas rugosidades e estabelecendo íntimo contato ou não, ou seja, se o ângulo de contato é menor, indica que o líquido está se espalhando uniformemente e formando uma camada fina sobre a superfície da cerâmica, o que favorece uma melhor interação e adesão do material.

E segundo Moro et al., 2017 e Porchnow et al., 2018, o tratamento de superfície diminui o ângulo de contato da cerâmica, favorecendo a penetração do silano e do cimento adesivo, e aumentando a molhabilidade. Neste estudo, investigamos os efeitos de diferentes tratamentos de superfície na molhabilidade e os resultados obtidos revelaram que os tratamentos de superfície desempenharam um papel significativo na modificação da molhabilidade da cerâmica. O menor valor obtido foi a partir do tratamento com HF20, seguido do grupo HF60. Por outro lado, o grupo P resultou em um aumento no ângulo de contato, indicando uma diminuição na molhabilidade, mostrando que o ângulo de contato e a molhabilidade podem ser influenciados pelo tratamento de superfície.

A dureza é outra importante propriedade de resistência mecânica das restaurações cerâmicas e é uma medida relacionada à penetração de um diamante sobre a superfície de uma amostra, sendo que essa medida é importante porque define o quão abrasivo será um material restaurador frente a dentição natural sendo que um material mais duro causará um desgaste mais severo ao antagonista (Lauvahutanon S et al., 2014). O método de avaliação da dureza desse estudo foi realizado por meio de um indentador de diamante Vickers que é um dos meios mais precisos para se avaliar dureza de materiais cerâmicos como sugerem Fischer et al. 2008. Analisando os resultados de dureza, observa-se que os diferentes tratamentos de superfície interferiram de maneira significativa sobre melhoria da dureza das cerâmicas. O grupo tratado com ácido fluorídrico por 20 segundos apresentou maior valor de dureza que os demais grupos. E o grupo tratado com ácido fluorídrico por 60s, apresentou o menor valor de dureza, indicando que o maior tempo de exposição ao ácido tem efeito negativo na resistência e na durabilidade da cerâmica.

Ficou comprovado nesse estudo que os tratamentos de superfícies influenciam diretamente na composição, na resistência, e na molhabilidade da cerâmica de

dissilicato de lítio reforçada com zircônia. Porém o uso de amostras cerâmicas simplificadas sem a geometria exata dos dentes, a aplicação de cargas axiais e o uso de um material análogo de dentina como substituto para um substrato dentário foram considerados limitações do estudo atual. São necessários novos estudos para determinar o melhor protocolo adesivo para cimentação de cerâmicas de dissilicato de lítio reforçadas com zircônia, porém esse estudo concorda com outras pesquisas e fabricantes que o protocolo de adesão com ácido fluorídrico por 20 segundos + silano seja o mais eficaz.

## **CONCLUSÃO**

Concluimos que os testes realizados tiveram seus resultados afetados de acordo com o tratamento de superfície. Com um maior tempo de condicionamento a resistência á flexão diminuiu. O primer apresentou bons resultados, pois promoveu uma superfície menos rugosa. Em relação ao teste de dureza, o melhor resultado foi obtido no grupo condicionado com HF60s. O ângulo de contato foi modificado pelos tratamentos de superfície e o melhor grupo foi o HF20. Vimos a importância de um adequado tratamento de superfície para sucesso clínico, porém são necessárias outras pesquisas para avaliar e chegar um conclusão de qual tratamento é o mais indicado.

## **REFERÊNCIAS**

ALSHEHRI, Sharifa Abdullah. Uma investigação sobre o papel da espessura e laminação da porcelana do núcleo na determinação da resistência à flexão de materiais dentários de cerâmica. *Journal of Prosthodontics: Implant, Odontologia Estética e Reconstructiva*, v. 20, n. 4, pág. 261-266, 2011.

ATAOLAS, Ayse Seda; ERGUN, Gulfem. Efeitos dos tratamentos de superfície na resistência de união do reparo de uma nova vitrocerâmica CAD/CAM ZLS e dois tipos diferentes de cerâmica CAD/CAM. *Journal of oral science*, v. 60, n. 2, pág. 201-211, 2018.

AWADA, Abdallah; NATHANSON, Dan. Propriedades mecânicas de materiais restauradores CAD/CAM resinocerâmicos. *O Jornal de odontologia protética*, v.

114, n. 4, pág. 587-593, 2015.

BRAGA, Roberto R. e cols. Adesão à estrutura dentária: uma revisão crítica dos métodos de teste "macro". *Materiais Dentários*, v. 26, n. 2, pág. e38-e49, 2010.

COLOMBO, Lucas do; MURILLO-GÓMEZ, Fabian; DE GOES, Mario Fernando. Bond Strength of CAD/CAM Restorative Materials Treated with Different Surface Etching Protocols. *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 21, n. 4, 2019.

DA CUNHA, Leonardo Fernandes et al. Fabricação de facetas cerâmicas de silicato de lítio com abordagem CAD/CAM: relato clínico de displasia cleidocraniana. *O Jornal de odontologia protética*, v. 113, n. 5, pág. 355-359, 2015.

DA SILVA, Lucas Hian et al. Cerâmica dentária: uma revisão de novos materiais e métodos de processamento. *Brazilian Journal of Implantology and Health Sciences*, v. 2, n. 8, p. 50-72, 2020.

DE CARVALHO RAMOS, Nathália et al. Caracterização da microestrutura e SCG de cerâmicas odontológicas recentemente projetadas. *Materiais Dentários*, v. 32, n. 7, pág. 870-878, 2016.

EL-DAMANHOURY, Hatem M.; GAINANTZOPOULOU, Maria 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.

ELSAKA, Shaymaa E.; ELNAGHY, Amr M. Propriedades mecânicas de vitrocerâmicas de silicato de lítio reforçadas com zircônia. *Materiais dentários*, v. 32, n. 7, pág. 908-914, 2016.

FISCHER, H.; WAINDICH, A.; TELLE, R. Influência da preparação de espécimes de cerâmica SEVNB nos resultados dos testes de tenacidade à fratura. *Materiais dentários*, v. 24, n. 5, pág. 618-622, 2008.

GUIMARÃES, Heloísa AB et al. Tratamentos de superfície simplificados para

cimentação cerâmica: uso de adesivo universal e primer cerâmico autocondicionante. *International Journal of Biomaterials*, v. 2018, 2018.

GRESNIGT, Marco MM et al. Efeito do agente de cimentação na carga à falha e resistência à fadiga acelerada de facetas laminadas de dissilicato de lítio. *Materiais Dentários*, v. 33, n. 12, pág. 1392-1401, 2017.

KRÜGER, Susanne et al. Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO<sub>2</sub>-bearing lithium disilicate glasses for dental application. *International Journal of Applied Glass Science*, v. 4, n. 1, p. 9-19, 2013.

LAUVAHUTANON, Sasipin et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dental materials journal*, v. 33, n. 5, p. 705-710, 2014.

LAWSON, Nathaniel C.; BANSAL, Ritika; BURGESS, John O. Desgaste, resistência, módulo e dureza de materiais restauradores CAD/CAM. *Materiais Dentários*, v. 32, n. 11, pág. e275-e283, 2016.

LIMA, Camila Moreira e cols. Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão biaxial, características de Weibull, rugosidade e topografia de superfície de cerâmicas à base de sílica CAD/CAM ligadas. *Materiais Dentários*, v. 37, n. 3, pág. e151-e161, 2021. See More.

LIU, Dan e cols. Influência de diferentes protocolos de condicionamento ácido na confiabilidade da união de resina à porcelana feldspática CAD/CAM. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 62, p. 18-24, 2015.

LUDOVICHETTI, Francesco Saverio e cols. Resistência ao desgaste e abrasividade de materiais monolíticos CAD-CAM. *O Jornal de odontologia protética*, v. 120, n. 2, pág. 318. e1-318. e8, 2018.

LYANN, Sai Kham e cols. Efeito de Diferentes Tratamentos de Superfície na Resistência à Tração de Vitrocerâmicas de Dissilicato de Lítio. *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 20, n. 3 de 2018.

MOKHTARPOUR, Faraneh; ALAGHEHMAND, Homayoon; KHAFRI, Soraya. Effect of hydrofluoric acid surface treatments on micro-shear bond strength of CAD/CAM ceramics. *Electronic physician*, v. 9, n. 10, p. 5487, 2017.

MORO, André Fábio Vasconcelos et al. Efeito da aplicação prévia de silano na resistência de união de um adesivo universal a uma cerâmica de dissilicato de lítio. *O Jornal de odontologia protética*, v. 118, n. 5, pág. 666-671, 2017.

MURILLO-GÓMEZ, Fabián; PALMA-DIBB, Regina Guenka; DE GOES, Mário Fernando. Efeito do ataque ácido na microestrutura tridimensional de materiais CAD/CAM graváveis. *Materiais Dentários*, v. 34, n. 6, pág. 944-955, 2018.

OPDAM, N. J. M.; FRANKENBERGER, R.; MAGNE, P. From 'direct versus indirect'toward an integrated restorative concept in the posterior dentition. *Operative dentistry*, v. 41, n. S7, p. S27-S34, 2016.

Organização Internacional de normatização. Cerâmica dental; emenda. ISO 6872. Genebra: ISO; 2008.

PROCHNOW, Catina et al. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, v. 105, n. 4, p. 885-891, 2017.

RAMAKRISHNAIAH, Ravikumar et al. O efeito da duração do condicionamento com ácido fluorídrico na micromorfologia da superfície, rugosidade e molhabilidade de cerâmicas odontológicas. *Jornal internacional de ciências moleculares*, v. 17, n. 6, pág. 822, 2016.

RICCO, Pamela. Impacto da energia livre de superfície de novas vitrocerâmicas odontológicas no crescimento subcrítico de trincas. 2020.

RINKE, Sven et al. Fabrication of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic restorations using a complete digital workflow. *Case reports in dentistry*, v. 2015, 2015.

RIQUIERI, Hilton e cols. Impacto do processo de queima de cristalização na microestrutura e resistência à flexão de vitrocerâmicas de silicato de lítio reforçadas com zircônia. *Materiais Dentários*, v. 34, n. 10, pág. 1483-1491, 2018.

SATO, Tabata P. et al. Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Operative dentistry*, v. 41, n. 3, p. 284-292, 2016.

SIQUEIRA, Fabiana SF et al. 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.

SOUZA, Karina Barbosa. Efeito de diferentes tratamentos de superfície e da aplicação de adesivo multimode na análise de Weibull, molhabilidade, topografia de superfície e adesão à cerâmica de dissilicato de lítio. 2020. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

SUNDFELD NETO, D. et al. O efeito da concentração de ácido fluorídrico na resistência de união e morfologia da superfície e interface da vitrocerâmica a um cimento resinoso. *Odontologia operatória*, v. 40, n. 5, pág. 470-479, 2015.

TRIBST, Joao Paulo et al. Fatigue Failure Load of Resin-bonded Simplified Lithium Disilicate Glass-Ceramic Restorations: Effect of Ceramic Conditioning Methods. *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 21, n. 4, 2019.

ZIMMERMANN, Moritz et al. Influence of material thickness on fractural strength of CAD/CAM fabricated ceramic crowns. *Dental materials journal*, v. 36, n. 6, p. 778-783, 2017.