

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

CAMILA MOREIRA LIMA

**A UTILIZAÇÃO DE UM PRIMER AUTOCONDICIONANTE COMO
ALTERNATIVA AO ÁCIDO FLUORÍDRICO GERA VANTAGENS
MECÂNICAS E SUPERFICIAIS EM CERÂMICAS VÍTREAS?**

Juiz de Fora
2023

CAMILA MOREIRA LIMA

**A UTILIZAÇÃO DE UM PRIMER AUTOCONDICIONANTE COMO
ALTERNATIVA AO ÁCIDO FLUORÍDRICO GERA VANTAGENS
MECÂNICAS E SUPERFICIAIS EM CERÂMICAS VÍTREAS?**

Tese 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 Doutora em Odontologia. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Orientador: Prof^a Dr^a. Fabíola Pessoa Pereira Leite
Coorientador: 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)

MOREIRA LIMA, CAMILA .

A utilização de um primer autocondicionante como alternativa ao ácido fluorídrico gera vantagens mecânicas e superficiais em cerâmicas vítreas? / CAMILA MOREIRA LIMA. -- 2023.
40 f. : il.

Orientadora: Fabiola Pessoa Pereira Leite

Coorientadora: Jean Soares Miranda

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, 2023.

1. Tratamentos de Superfície . 2. Cerâmica Odontológica. I. Pessoa Pereira Leite, Fabiola, orient. II. Soares Miranda, Jean, coorient. III. Título.

Camila Moreira Lima

**A UTILIZAÇÃO DE UM PRIMER AUTOCONDICIONANTE COMO ALTERNATIVA AO ÁCIDO FLUORÍDRICO
GERA VANTAGENS MECÂNICAS E SUPERFICIAIS EM CERÂMICAS VÍTREAS?**

Tese apresentada ao programa de Pósgraduação em Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título de Doutora em Odontologia. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Aprovada em 26 de outubro de 2023.

BANCA EXAMINADORA

Prof.ª Dr.ª 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 - Campus Governador Valadares - UFJF(GV)

Prof. Dr. Ronaldo Luís Almeida de Carvalho
Universidade Federal de Juiz de Fora - Campus Governador Valadares - UFJF(GV)

Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho
Universidade Federal de Juiz de Fora - Campus Governador Valadares - UFJF(GV)

Prof.ª Dr.ª Marina Amaral
Universidade de Taubaté - UNITAU

Prof. Dr. Felipe Eduardo de Oliveira
Universidade de Brás Cubas - UBC

Juiz de Fora, 26/09/2023.



Documento assinado eletronicamente por **Fabiola Pessoa Pereira Leite, Professor(a)**, em 26/10/2023, às 12:11, 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, Professor(a)**, em 26/10/2023, às 12:11, 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 **Ronaldo Luis Almeida de Carvalho, Professor(a)**, em 26/10/2023, às 12:12, 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 **Rodrigo Furtado de Carvalho, Professor(a)**, em 26/10/2023, às 12:13, 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 **Marina Amaral, Usuário Externo**, em 26/10/2023, às 12:14, 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 **Felipe Eduardo de Oliveira, Usuário Externo**, em 26/10/2023, às 12:15, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A auten cidade deste documento pode ser conferida no Portal do SEI-U f (www2.u.f.br/SEI) através do ícone Conferência de Documentos, informando o código verificador **1493641** e o código CRC **7A540A70**.

CAMILA MOREIRA LIMA

**A UTILIZAÇÃO DE UM PRIMER AUTOCONDICIONANTE COMO
ALTERNATIVA AO ÁCIDO FLUORÍDRICO GERA VANTAGENS
MECÂNICAS E SUPERFICIAIS EM CERÂMICAS VÍTREAS?**

Tese 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 Doutora em Odontologia. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Aprovada em: ___/___/___

BANCA EXAMINADORA

Prof^a Dr^a Fabíola Pessoa Pereira Leite / Orientadora
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF

Prof. Dr. Jean Soares Miranda / Co-orientador
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF / GV

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

Prof. Dr. Ronaldo Luis Almeida de Carvalho
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF / GV

Prof. Dr. Felipe Eduardo de Oliveira
Universidade Braz Cubas / SP

Prof^a Dr^a Marina Amaral
Universidade de Taubaté – UNITAU / SP

AGRADECIMENTOS

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

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

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

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

Agradeço aos amigos, Jean, Ronaldo e Marina por toda dedicação, ensinamentos e paciência. Profissionais brilhantes, muito obrigada.

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

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

RESUMO

Objetivo: Este estudo avaliou a utilização de um primer autocondicionante como alternativa ao ácido fluorídrico, frente à resistência à flexão biaxial, rugosidade e topografia superficial de cerâmicas de dissilicato de lítio e infiltradas por polímeros. **Métodologia:** Foram confeccionados cinquenta e quatro discos (\varnothing :12mm; espessura: 1,2mm – ISO 6872), a partir de duas cerâmicas: IPS e.max CAD (LD – Ivoclar) e Enamic (cerâmica infiltrada por polímero – Vita). As amostras foram distribuídas aleatoriamente em 3 grupos, de acordo com o fator “tratamento de superfície” ($n = 18$ / sendo $n=15$, para os testes mecânicos e $n=3$, para os testes complementares): HF20 - ácido fluorídrico 5% + silano, aplicado por 20s; HF60 - ácido fluorídrico 5% + silano, aplicado por 60s; e P - Primer cerâmico autocondicionante. Após o tratamento de superfície, os discos foram cimentados em um análogo de dentina (G10), o qual foi preparado com adesivo universal autocondicionante e, posteriormente à ciclagem mecânica ($1,2 \times 10^6$ ciclos, 50N, 3,8Hz) e submetidos à flexão biaxial (EMIC, DL, 1000-1mm/min, 1.000 Kgf). Perfilometria, MEV e EDS também foram realizados como testes complementares. Os dados da resistência à flexão biaxial e rugosidade foram submetidos à análise de variância (ANOVA 1-fator) e ao teste Tukey (5%). A análise de Weibull foi realizada para os dados da resistência à flexão biaxial. **Resultados:** Segundo o ANOVA, pode-se observar que o tratamento de superfície não influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial de ambas cerâmicas: LD ($p=0,5552$) e PIC ($p=0,5205$). Apesar das indicações do fabricante, do uso de HF20 para as cerâmicas PIC, verifica-se que não houve uma diferença significativa da resistência biaxial, nos grupos HF60 (1240 ± 161^A) comparados ao HF20 ($1246 \pm 207,7^A$) e ao P ($1306 \pm 143,3^A$). O mesmo pode verificar ao grupo LD, onde ambos grupos predispõem sem diferenças significantes. **Conclusão:** o tratamento de superfície não influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial para as cerâmicas avaliadas. Foi observada uma semelhança em relação à resistência à flexão biaxial quando realizado o condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20, 60 segundos e primer autocondicionante, em relação as cerâmicas de dissilicato de lítio e infiltradas por polímero.

ABSTRACT

Objective: This study evaluated the use of a self-etching primer as an alternative to hydrofluoric acid, given the resistance to biaxial bending, roughness and surface topography of lithium disilicate ceramics and those infiltrated by polymers. **Methodology:** Fifty-four discs (\varnothing :12mm; thickness: 1.2mm – ISO 6872) were made from two ceramics: IPS e.max CAD (LD – Ivoclar) and Enamic (ceramic infiltrated by polymer – Vita). The samples were randomly distributed into 3 groups, according to the “surface treatment” factor (n = 18 / with n=15, for mechanical tests and n=3, for complementary tests): HF20 - 5% hydrofluoric acid + silane, applied for 20s; HF60 - 5% hydrofluoric acid + silane, applied for 60s; and P - Self-etching ceramic primer. After surface treatment, the discs were cemented in a dentin analogue (G10), which was prepared with a self-etching universal adhesive and, after mechanical cycling (1.2x10⁶ cycles, 50N, 3.8Hz) and subjected to biaxial bending. (EMIC, DL, 1000-1mm/min, 1,000 Kgf). Profilometry, SEM and EDS were also performed as complementary tests. The biaxial flexural strength and roughness data were subjected to analysis of variance (1-factor ANOVA) and the Tukey test (5%). Weibull analysis was performed for biaxial flexural strength data. **Results:** According to ANOVA, it can be observed that the surface treatment did not significantly influence the biaxial flexural strength of both ceramics: LD (p=0.5552) and PIC (p=0.5205). Despite the manufacturer's instructions regarding the use of HF20 for PIC ceramics, it appears that there was no significant difference in biaxial resistance in the HF60 groups (1240 ± 161 ^A) compared to the HF20 (1246 ± 207.7 ^A) and the P (1306 ± 143.3 ^A). The same can be true for the LD group, where both groups predispose without significant differences. **Conclusion:** surface treatment did not significantly influence the biaxial flexural strength for the ceramics evaluated. A similarity was observed in relation to biaxial flexural strength when etching with 5% hydrofluoric acid for 20, 60 seconds and self-etching primer, in relation to lithium disilicate ceramics and polymer infiltrated ceramics.

LISTRA DE ILUSTRAÇÕES

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

Figura 2 – Esquema de cimentação das amostras

Figura 3 – Amostras posicionadas sobre a máquina simuladora de fadiga mecânica.

Figura 4: Fluxograma da Pesquisa

Figura 5: Perfilometria de Dissilicato de Lítio (LD): A) LD-HF 20; B) LD-HF 60; C) LD-P

Figura 6: Perfilometria de Cerâmica Infiltrada por Polímero (PIC): A) PIC-HF 20; B) PIC-HF 60; C) PIC-P

Figura 7: Microscopia Eletrônica de Varredura do Dissilicato de Lítio (LD): A) PIC-HF 20; B) PIC-HF 60; C) PIC-P

Figura 8: Microscopia Eletrônica de Varredura da Cerâmica Infiltrada por Polímero (PIC): A) PIC-HF 20; B) PIC-HF 60; C) PIC-P

LISTA DE TABELAS

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

Tabela 2: Média da resistência à flexão (MPa) com desvio padrão, característica da resistência(σ), módulo de Weibull (m) e respectivo IC (95%) para resistência à flexão biaxial dos grupos experimentais.

Tabela 3: Dados obtidos através da Perfilometria de superfície

Tabela 4: EDS das cerâmicas PIC e LD indicando a composição de O, Al, C, Na e Si.

LISTA DE ABREVIATURAS

LD - Dissilicato de Lítio

PIC - Cerâmica Infiltrada por Polímero

HF - Ácido Hidrofluorídrico

% Porcentagem

MEP - Monobond Etch & Prime

MPA - Milipascal

°C - Grau Celsius

HZ - Hertz

O - Oxigênio

AL - Alumínio

C - Carbono

Na - Sódio

Si - Silício

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| 1. INTRODUÇÃO | 11 |
| 2. PROPOSIÇÃO | 13 |
| 3. MATERIAIS E MÉTODOS | 14 |
| 3.1 Materiais utilizados | 16 |
| 3.2 Preparação das Cerâmicas | 16 |
| 3.3 Preparação do Análogo de Dentina..... | 17 |
| 3.4 Tratamento de Superfície das Cerâmicas | 17 |
| 3.5 Tratamentos de Superfície do Análogo de Dentina | 18 |
| 3.6 Cimentação Adesiva..... | 18 |
| 3.7 Envelhecimento por Fadiga Mecânica..... | 19 |
| 3.8 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial..... | 20 |
| 3.9 Perfilometria Optica | 21 |
| 3.10 Microscopia Eletrônica de Varredura | 21 |
| 3.11 Espectrometria por Energia Dispersiva | 21 |
| 3.12 Análises Estatísticas | 22 |
| 4. RESULTADOS | 24 |
| 4.1 Resistência à flexão biaxial | 24 |
| 4.2 Rugosidade Ra | 25 |
| 4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) | 28 |
| 4.4 Espectrometria por energia dispersiva (EDS) | 31 |
| 5. DISCUSSÃO | 32 |
| 6. CONSIDERAÇÕES FINAIS | 36 |
| REFERÊNCIAS | 37 |

INTRODUÇÃO

A odontologia tem evoluído cada vez mais na direção CAD/CAM (*computer-aided design / computer-aided manufacturing*), visando maior precisão e facilidade aos procedimentos clínicos e laboratoriais. Além disso, a eliminação de etapas analógicas, podem agilizar o processo de confecção, reduzindo etapas para vários tipos de restaurações (WINTER et al, 2019). Diversos materiais estão disponíveis para CAD/CAM, como dissilicato de lítio (LD) e cerâmica infiltrada por polímero (PIC). O PIC é composto por 86% de feldspato e 14% de fase polimérica que o torna um material com menor módulo de elasticidade em relação às cerâmicas convencionais (PINTO et al 2022). Já o LD é composto principalmente por duas fases cristalinas: metassilicato de lítio (Li_2SO_3) e ortofosfato de lítio (Li_3PO_4), imerso em uma matriz vítrea (BELLI et al., 2017; MONTEIRO et al., 2018; GOMES et al., 2017). Já a feldspática é considerada a mais estética, devido à sua aparência que mimetiza melhor o dente, baseada na transmissão de luz e efeito natural (STRAFACE et al., 2019). No entanto, a baixa propriedade mecânica, como resistência à fratura, foi um fator limitante para sua ampla aplicação clínica e estimulou o surgimento de cerâmicas vítreas reforçada com diferentes cargas (STRAFACE et al., 2019; PEUMANS et al., 2016). Assim, a cerâmica de dissilicato de lítio (LD), a cerâmica com infiltrado de polímero (PIC) foram desenvolvidos em busca desse aumento as propriedades mecânicas. (STRAFACE et al., 2019; PEUMANS et al., 2016; COLDEA et al., 2013)

Essas cerâmicas são indicadas para restaurações estéticas indiretas, possuindo boas propriedades ópticas e uma resistência adequada. No entanto, a natureza química diferente de cerâmicas e estrutura dentária, torna obrigatório usar agentes intermediários para unir ambas superfícies, assim como a realização de um tratamento dessa superfície. O cimento resinoso é considerado o material de escolha para unir cerâmicas à estrutural dental, tendo em vista as propriedades químicas e mecânicas que ele pode exercer sobre determinada superfície (GOMES et al., 2017).

Para obter uma cimentação efetiva entre o substrato dentário e uma cerâmica necessita-se que ocorra um embricamento micromecânico entre tais superfícies e de acordo com a literatura (STRAFACE et al., 2019; MORENO et al., 2019; GOMES et al., 2018; LIMA et al., 2020) e fabricantes o procedimento recomendado é o condicionamento com o ácido fluorídrico (HF) à 5 % seguido da aplicação de um agente de união, silano, efetivando assim a união química e mecânica. Isso porque a aplicação do HF promove a remoção da fase vítrea e resulta em uma área da superfície aumentada. Porém, apesar do tratamento de superfície com o HF ser estabelecido, a concentração e o tempo de exposição são altamente controversos, variando de 5 a 10% e de 20s a 160s (GOMES et al., 2018). A exposição ao ácido fluorídrico altera a efetividade da adesão, pois uma menor concentração e um grande tempo de exposição, a superfície sofre modificações na topografia e uma dissolução da fase vítrea, resultando em porosidades superficiais (RAMAKRISHNAIAH et al., 2016). Devido à essa degradação da matriz vítrea e ao potencial tóxico do HF, materiais alternativos, como o primer cerâmico autocondicionante (P), vem sendo estudado para suprir essas necessidades (SOUZA et al., 2020).

Logo, não há determinações sobre a resistência de união cerâmicas e visando longevidade clínica, as fraturas cerâmicas é uma das principais adversidades (MORIMOTO et al., 2016). Na literatura ainda não há trabalhos que avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície nas propriedades mecânica, em vista do tempo de exposição do HF 5%, associado à cimentação em material análogo à dentina propriamente. Assim, o objetivo desse estudo foi verificar o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão biaxial, rugosidade e microestrutura das cerâmicas a base de silicato de lítio e infiltrada por polímero, após cimentação ao análogo de dentina e ciclagem mecânica. As hipóteses nulas testadas foram: 1) que o tratamento de superfície, não influencia a resistência à flexão das cerâmicas LD e PIC; e 2) que o tempo de condicionamento com HF 5% não influenciaria a rugosidade superficial e composição do material.

2 PROPOSIÇÃO

Objetivo geral:

Visando as adversidades que o tratamento de superfície pode gerar na resistência à flexão biaxial de cerâmicas à base de dissilicato de lítio e infiltrada por polímero, após cimentação ao análogo de dentina (G10) e envelhecimento mecânico, o objetivo deste estudo foi avaliar os seus efeitos.

Além disso, após o tratamento de superfície, avaliar a superfície dos materiais cerâmicos testados por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por dispersão de energia (EDS) e perfilometria.

As hipóteses nulas são:

- 1) que o tratamento de superfície, não influencia a resistência à flexão das cerâmicas LD e PIC e;
- 2) que o tempo de condicionamento com HF 5% não influenciaria a rugosidade superficial e composição do material.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais Utilizados

As marcas comerciais, tipo de material, fabricante, lote e composição dos materiais utilizados, estão apresentados na Tabela 1.

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

| Marca Comercial | Tipo de material | Fabricante | Lote | Composição |
|--------------------------------|----------------------------------|------------------|------------|--|
| Enamic – HT / A3 | Cerâmica Infiltrada por Polímero | Vita Zahnfabrik | - 48030 | Cerâmica inorgânica de feldspato (86%), dimetacrilato de uretano, dimetacrilato de trietilenoglicol(14%) (SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, B ₂ O ₃ , CaO, TiO ₂ , TEGDMA, UDMA) |
| IPS E.max CAD – HT / A3 | Dissilicato de Lítio | Ivoclar Vivadent | X24592 | SiO ₂ Li ₂ O, K ₂ O, MgO, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ e outros óxidos |
| RelyX Ceramic Primer | Silano | 3M ESPE | N822741 | Álcool etílico, água e metacrilato de 3trimetoxissililpropilo |
| Condac Porcelana | Ácido Hidrofluorídrico a 5% | FGM | 100321 | Ácido fluorídrico, água, espessante, surfactante e corante |
| Cimento Ultimate | Cimento Resinoso Adesivo | 3M ESPE | 2116900688 | Pasta Base: Pó de vidro tratado com silano; Propanóico; 2-metil-, 1,1' ester; produtos da reação com 2-hidroxi-1,3-propanodiolodimetacrilato e óxido de fósforo; dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA); Silica |

| | | | | | |
|----------------------------------|-----------------------------------|-------------------|------------|---|--|
| | | | | | <p>tratada com silano; Fibra de Vidro; Persulfato de Sódio e Per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila.</p> <p>Pasta Catalisadora: Pó de vidro tratado com silano; Dimetacrilato substituída; Silica tratada com silano; 1- benzil-5-fenil-ácido barbitúrico; sal de cálcio; P-Toluenosulfonato de sódio; 1,12- dodecano dimetacrilato; Hidróxido de cálcio; 2-ácido propiônico; 2-metil-;di-2,1-etanodiil éster e dióxido de titânio.</p> |
| Monobond Etch & Prime | Primer cerâmico autocondicionante | Ivoclar Vivadent | V50443 | Álcool polifluoreto de amônio, metacrilato de silano e corante | |
| Single Bond Universal | Adesivo Autocondicionante | 3M ESPE | 2035300661 | Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BIS-GMA), metacrilato de 2-hidroxieta, sílica tratada com silício, álcool etílico, decametileno dimetacrilato, água, 1,10-decanodiol fosfato metacrilato, copolímero de acrílico e ácido itacônico, canforoquinona, N,N-dimetilamonoetilo, metil etil cetona. | |
| G10 (Nema Grade) | Análogo de Dentina | Int. Paper, - USA | | Resina epóxi reforçado com fibras de vidro | |

3.2 Preparação das Cerâmicas

Cinquenta e quatro discos foram confeccionados (\varnothing :12mm; espessura: 1,2mm– ISO 6872) para cada uma das cerâmicas utilizadas: dissilicato de lítio (LD, IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein) e infiltrada por polímero (PIC, Vita Enamic, Vita Zahnfabrik). Para manusear os blocos de cerâmicas, foi instalado um dispositivo nas suas extremidades, facilitando o arredondamento em cilindros de 12mm de diâmetro em uma politriz (Lixadeira PL02 – Metalprisma). Em seguida, visando a confecção dos discos propriamente, em uma máquina de corte de precisão corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) com um disco de corte diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA), as amostras foram cortadas (Figura 1). Todas as amostras foram lixadas com lixas de SiC de granulações 240, 400, 600 e 1200#, em uma politriz (Lixadeira PL02 – Metalprisma). Em seguida, o dissilicato de lítio (LD), foi submetido a um ciclo de cristalização, realizado em forno específico (Programat EP5000, Ivoclar Vivadent), de acordo com as recomendações do fabricante. As amostras de cada tipo cerâmico foram divididas aleatoriamente, dentro de três grupos, de acordo com o fator “tratamento de superfície” (sendo n=15, para os testes mecânicos e n=3, para os demais testes).

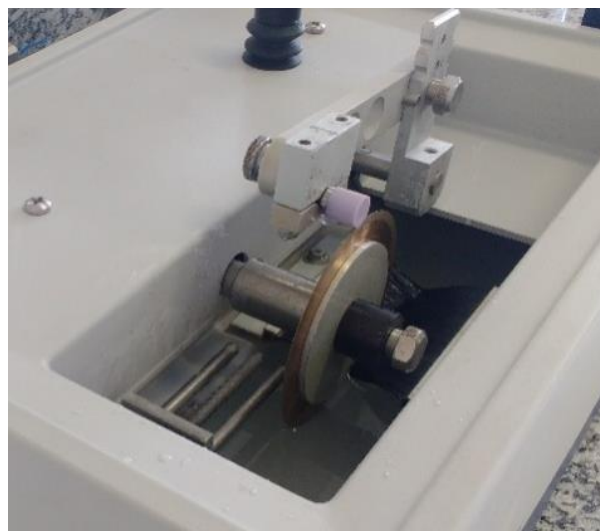


Figura 1– Confeção dos discos de Dissilicato de Lítio em máquina de corte.

3.3 Preparação do Análogo de Dentina

Os discos de análogo de dentina, uma resina epóxi reforçada por fibra de vidro (Nema G10, Protec, São Paulo, Brasil) (\varnothing :12mm; 2,3mm de espessura), foram cortados a partir de um cilindro de 30cm de comprimento e 12mm de diâmetro em uma máquina de corte de precisão e com um disco diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA). Com os discos confeccionados, houve a limpeza dos mesmos em banho ultrassônico em álcool isopropílico por 5 min, posteriormente foram secos e levemente polidos com lixas de SiC de granulações 600 e 1200#, em uma politriz (Lixadeira PL02 – Metalprisma).

3.4 Tratamentos de superfície das cerâmicas

Todos os discos cerâmicos foram submetidos ao banho ultrassônico com água destilada por 8 minutos (Cristófoli Biosafety Equipment LTDA, Paraná, Brazil) e as amostras de cada cerâmica foram divididas aleatoriamente em três grupos (n = 18 / sendo n=15, para os testes mecânicos e n=3, para os testes complementares) de acordo com o tratamento se superfície.

- HF20: condicionamento com ácido fluorídrico 5% (FGM, Joinville/SC, Brasil) por 20 segundos seguido da lavagem com spray ar-água (40s) e secadas com jato de ar. Em seguida, utilizando um microbrush (tamanho regular, Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), foi aplicada uma camada de Silano (Relyx Ceramic Primer (3M ESPE, EUA), deixando agir por 2 min.
- HF60: condicionamento com ácido fluorídrico 5% (FGM, Joinville/SC, Brasil) por 60 segundos seguido da lavagem com spray ar-água (40s) e secadas com jato de ar. Em seguida, utilizando um microbrush (tamanho regular, Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), foi aplicada uma camada de Silano (Relyx Ceramic Primer (3M ESPE, EUA), deixando agir por 2 min.

- P: Com o auxílio de um microbrush (tamanho regular, Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), o primer cerâmico (Monobond Etch & Prime, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Alemanha) foi aplicado ativamente na superfície das cerâmicas durante 20 segundos, deixando em seguida agir por mais 40 segundos.

3.5 Tratamentos de superfície do análogo de dentina (G10)

Para os discos de resina epóxi, o condicionamento após a limpeza foi com a aplicação em toda face, de uma das superfícies, com adesivo universal (Single Bond Universal – 3M ESPE), com auxílio de um microbrush (tamanho regular, Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), de forma homogênea, seguindo pela fotopolimerização (Valo, 1400mW/cm² - Ultradent, Salt Lake City, EUA), por 20s.

3.6 Cimentação adesiva

Após os tratamentos de superfície das cerâmicas, dos respectivos grupos, em quinze discos (n=15) foram aplicados uma camada de cimento resinoso autoadesivo RelyX Ultimate(3M ESPE, EUA), que foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante, com espátula nº 24 por 10s. Imediatamente após, foi aplicado o cimento no centro da superfície tratada de cada cerâmica e sobreposto sobre os discos de análogo de dentina (g10). Com o auxílio de um delineador adaptado (BioArt, São Paulo, SP, Brasil) foi aplicada uma carga 750 g, garantindo o escoamento uniforme e uma fina espessura do cimento. Posteriormente, houve a fotopolimerização por 20 segundos em cada face (Valo, 1400mW/cm² - Ultradent, Salt Lake City, EUA). Depois de cimentadas, todas as amostras foram armazenadas em água destilada na estufa (Olidex, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), à 37°C. (Figura 2)

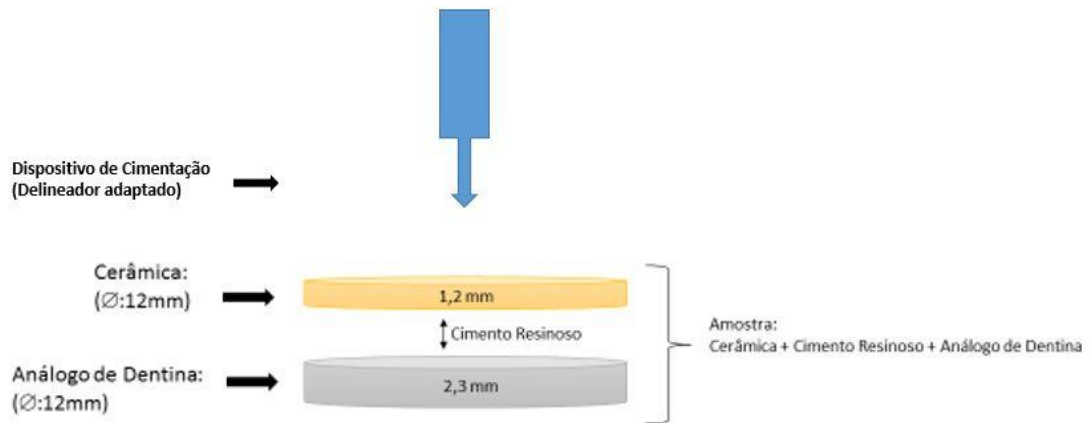


Figura 2: Esquema representativo sobre a cimentação cerâmica ao G10

3.7 Envelhecimento por fadiga mecânica

Os corpos de prova cimentados foram submetidos à ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (BIOCYCLE, BIOPDI, São Carlos, SP, Brasil) por $1,2 \times 10^6$ ciclos com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. Com um raio de curvatura de 1,5mm, um pistão de aço inoxidável, a carga foi executada no centro das amostras. A superfície cerâmica do conjunto estava em contato com o pistão, sendo a carga aplicada na superfície que não recebeu tratamentos de superfície. Ressalta-se que as amostras ficaram submetidas em água à 37%, a partir de um controle do próprio equipamento. (Figura 3).

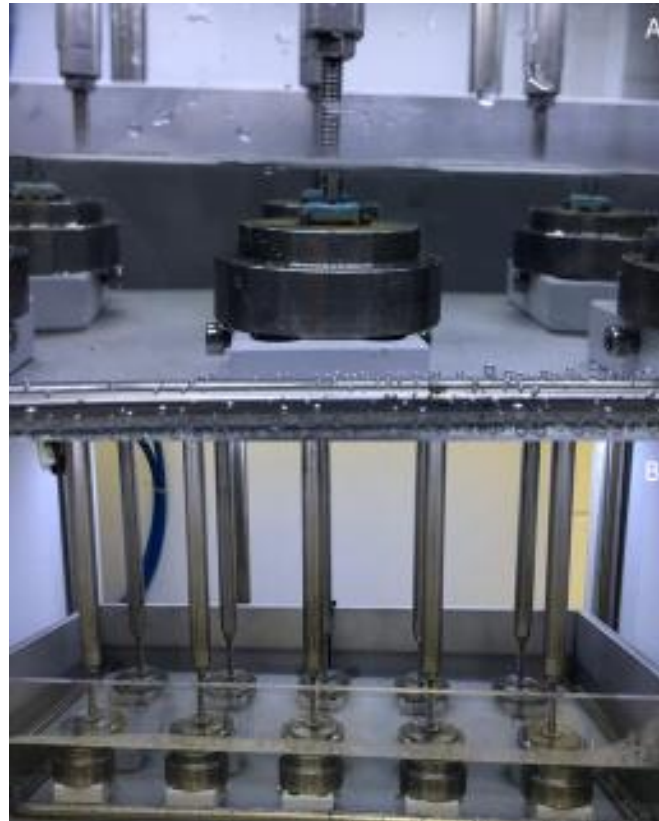


Figura 3 – A e B: Amostras posicionadas sobre a máquina simuladora de fadiga mecânica.

3.8 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Os 15 corpos de prova de cada tipo cerâmico foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (BIO, BIOPDI, São Carlos, SP, Brasil). Até o momento da fratura, uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872, $\varnothing=1,6$ mm), fixada à célula de carga, efetivou a carga no centro das amostras, à uma velocidade de 1mm/min e célula de carga de 1.000 Kgf. Após fratura, os dados obtidos (N) foram postos na equação, de acordo com a norma ISO 6872, para realização do cálculo da resistência à flexão biaxial de cada amostra:

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

Onde: S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal; P = Total de carga necessária para causar a fratura, em Newton; d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros.

3.9 Perfilometria óptica

Disco cerâmicos adicionais de cada grupo (n=3), foram confeccionadas e tiveram suas superfícies analisadas em Perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) acoplado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA), com finalidade de executar as micrografias superficiais e determinação da rugosidade superficial. Assim, foram realizadas 12 leituras em cada amostra e uma média aritmética (Ra) da rugosidade superficial foi obtida utilizando o *software* do sistema.

3.10 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As três amostras confeccionadas para o teste anterior também tiveram, suas superfícies analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura Tescan (Model MIRA 3, Kohoutovice, República Tcheca), em velocidade de 10,000x, buscando melhor visibilidade da superfície.

3.11 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Através da Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS), pode-se avaliar os elementos químicos presentes nas estruturas cerâmicas. Esse equipamento trabalha associado ao MEV, utilizando o sistema da Oxford Instruments (modelo X-MAXN) com *software* AZtec Live. As capturas das amostras foram executadas à uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não houve necessidade de submissão de uma cobertura condutora nas amostras. Os elementos primordiais foram verificados com um *real time* de 100 segundos.

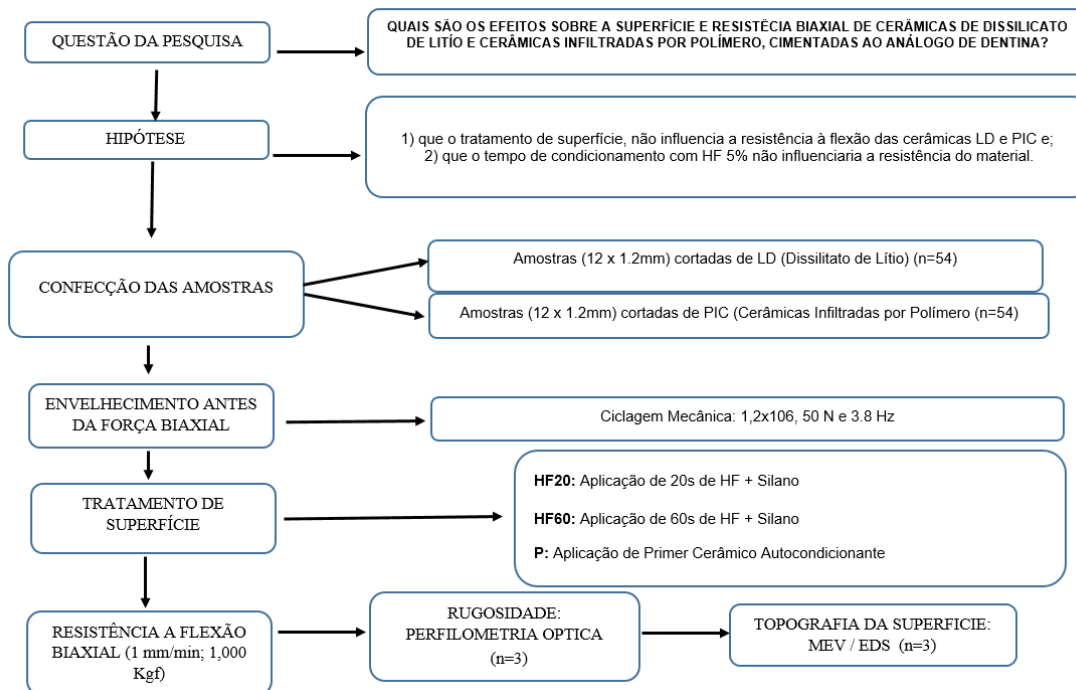


Figura 4 – Fluxograma da Pesquisa

3.12 Análise estatística

Para avaliar a influência do tratamento de superfície na rugosidade superficial e na resistência, os resultados foram sujeitos ao teste de comparações múltiplas de Tukey, com finalidade de analisar as diferenças estatísticas entre os grupos, e para uma avaliação estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, utilizou-se o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA). As análises estatísticas foram obtidas por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISMA (versão 6.01, GraphPad, 2012).

A análise de Weibull foi realizada para medir a confiabilidade da resistência à flexão bixial pelo módulo de Weibull (m). Segue abaixo a formula utilizada. O nível de significância foi 5%.

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - F(\sigma c)} \right) = m \ln \sigma c - m \ln \sigma$$

O poder do estudo foi calculado por meio do site OpenEpi (https://www.openepi.com/Menu/OE_Menu.htm), considerando um intervalo de confiança de 95%. Teste Shapiro-Wilk foi realizado para avaliar a normalidade e os dados dos grupos seguem uma distribuição normal ($p < 0,05$).

4 RESULTADOS

4.1 Resistência à flexão biaxial

Tabela 2 – Média da resistência à flexão (MPa) com desvio padrão, característica da resistência(σ), módulo de Weibull (m) e respectivo IC (95%) para resistência à flexão biaxial dos grupos experimentais.

| Grupo | Cerâmica | Tratamento de Superfície | Resistência a Flexão(MPa) | Tukey | Weibull (m) | σ (MPa) | IC 95% |
|----------|-------------------------------|--------------------------|---------------------------|-------|-------------|----------------|-------------------|
| PIC-HF20 | Infiltrado por Polímero (PIC) | HF20S + Silano | 1246 ± 207,7 | A | 6,39 | 1335,61 | 1801,13 ± 870,08 |
| PIC-HF60 | | HF60S + Silano | 1240 ± 161 | A | 8,03 | 1313,86 | 1481,84 ± 1145,89 |
| PIC-P | | P | 1306 ± 143,3 | A | 10,17 | 1369,17 | 1533,26 ± 1205,09 |
| LD-HF20 | Dissilicato de Lítio | HF20S + Silano | 1027 ± 250,9 | B | 4,03 | 1135,82 | 1254,32 ± 1017,31 |
| LD-HF60 | | HF60s + Silano | 1074 ± 184 | B | 6,13 | 1154,34 | 1501,15 ± 807,52 |
| LD-P | | P | 1112 ± 173,5 | B | 7,02 | 1185,95 | 1437,90 ± 934,00 |

*Teste de Tukey ($p < 0,05$). Letras diferentes mostram diferenças estatísticas entre grupos na mesma coluna para cada cerâmica. C: controle; HF: ácido fluorídrico; SB: jateamento; SC: silicatização; SEP: primer cerâmico autocondicionante.

Segundo o ANOVA 1 fator (tabela 2), pode-se observar que o tratamento de superfície não influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial de ambas cerâmicas: LD ($p=0,5552$) e PIC ($p=0,5205$). Apesar das indicações do fabricante, do uso de HF20 para as cerâmicas PIC, verifica-se que não houve uma diferença significativa da resistência biaxial, nos grupos HF60 (1240 ± 161 A) comparados ao HF20 ($1246 \pm 207,7$ A) e ao P ($1306 \pm 143,3$ A). O mesmo pode verificar ao grupo LD, onde ambos grupos predispõem sem diferenças significantes.

4.2 Rugosidade Ra

Através da análise de resultados (Tabela 3), pode-se observar que os diferentes tratamentos de superfície geraram valores de rugosidade estatisticamente diferentes para os grupos HF20/HF60 e P da cerâmica LD, sendo que a utilização do primer cerâmico curiosamente produziu maiores valores de rugosidade (Tabela 3; Figura 5). Para PIC, o tratamento com P promoveu uma rugosidade superficial menor do que o grupo HF60, porém estatisticamente semelhante ao grupo HF20 (Tabela 3; Figura 6).

Os dados de rugosidade estão expressos na Tabela 3 e nas imagens em 3D (Figura 5 e 6):

Tabela 03: Dados obtidos através da Perfilometria de superfície.

| TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE | LD Mean | * | PIC Mean | * |
|---------------------------------|-------------------|-----------|--------------------|-----------|
| HF20 | 0,87 | B | 0,56 | AC |
| HF60 | 0,97 | AB | 0,65 | B |
| P | 1,05 | C | 0,47 | C |

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

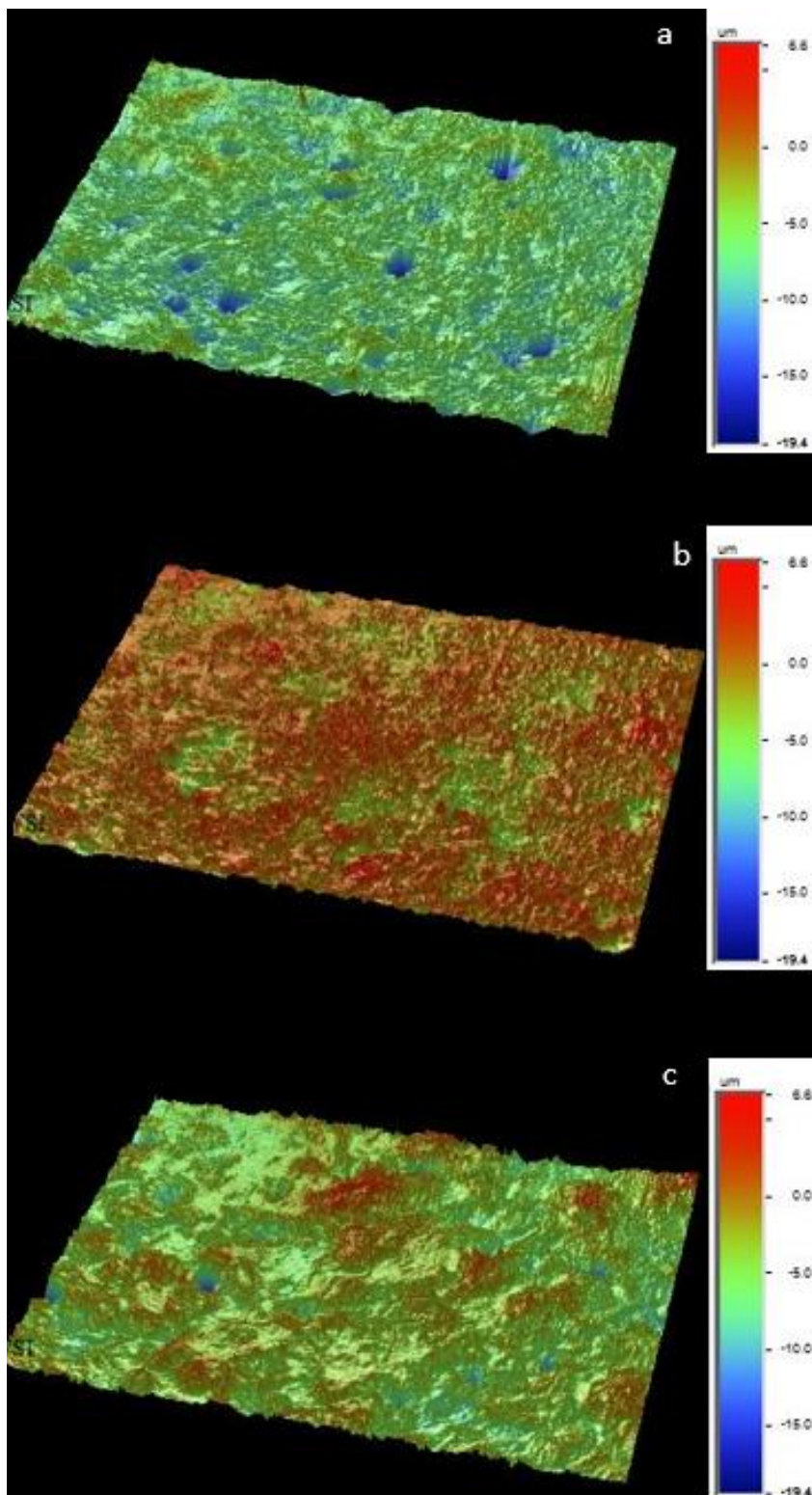


Figura 5 : Perfilometria de Dissilicato de Lítio (LD): A) LD-HF 20; B) LD-HF 60; C) LD-P

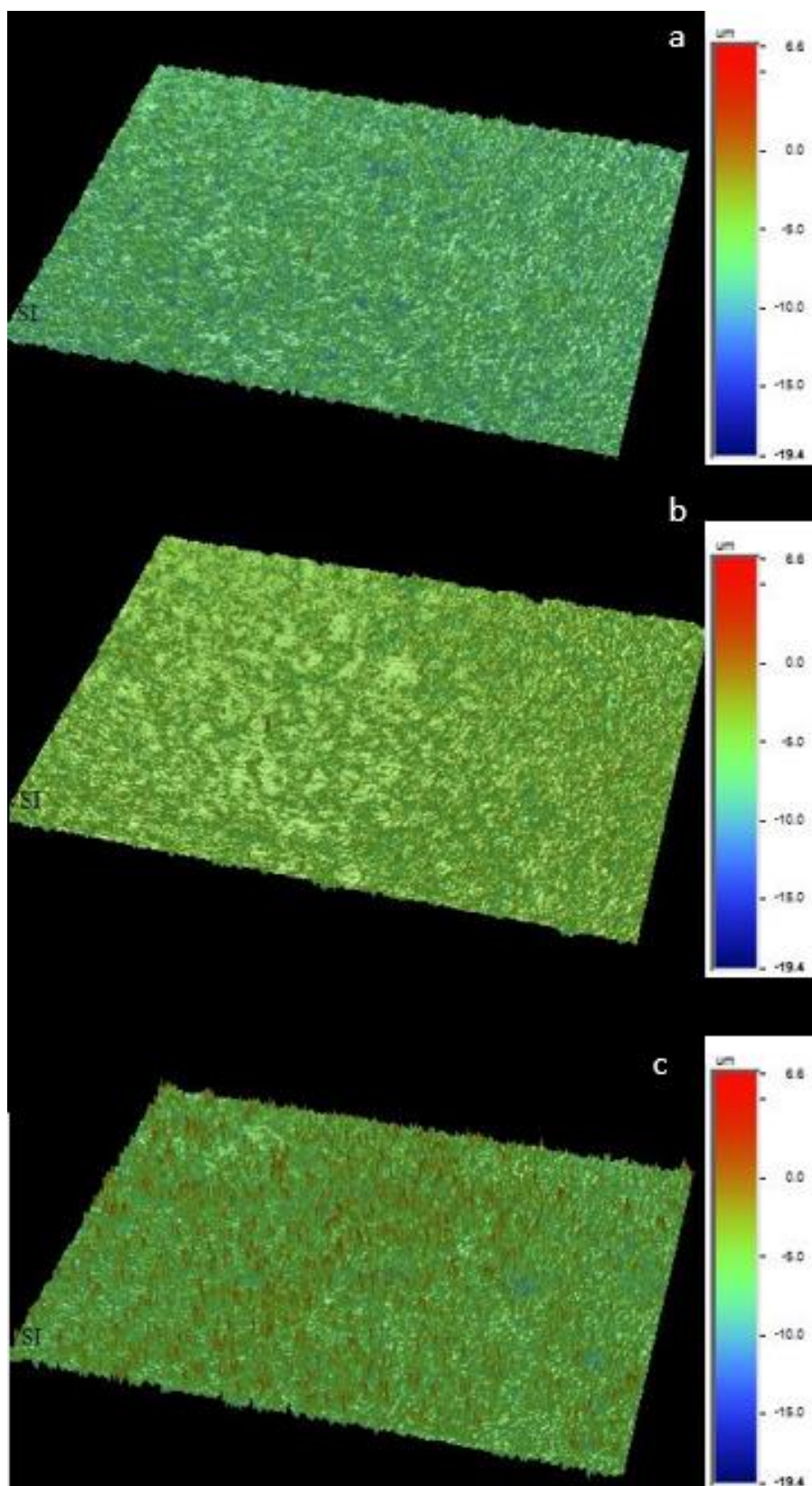


Figura 6: Perfilometria de Cerâmica Infiltrada por Polímero (PIC): A) PIC-HF 20; B) PIC-HF 60; C) PIC-P

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Os grupos LD-P e PIC-P apresentaram uma maior semelhança entre eles, sendo possível a visualização de menos ranhuras na superfície do material cerâmico. Os grupos LD-HF 20 / LD-HF60 e PIC-HF 20 / PIC-HF60 apresentaram irregularidades e microporosidades devido à degradação da matriz vítrea, gerando uma superfície menos homogênea e possivelmente menos resistente. (Fig.7).

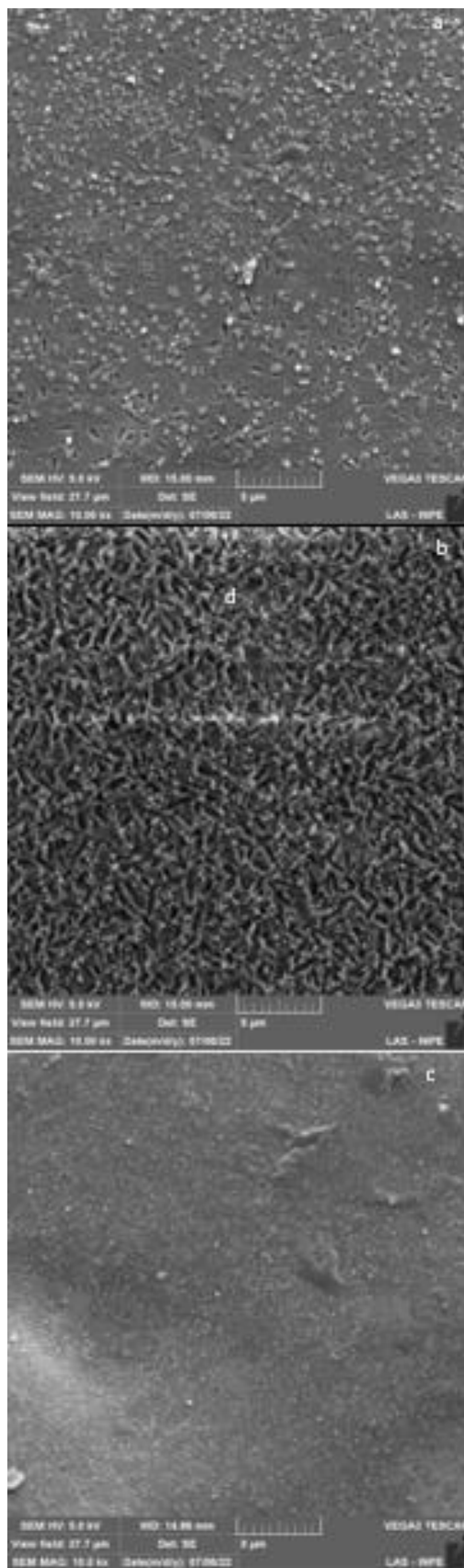


Figura 7: Microscopia Eletrônica de Varredura do Dissilicato de Lítio (LD): A) LD-HF20; B) LD-HF60; C) LD-P

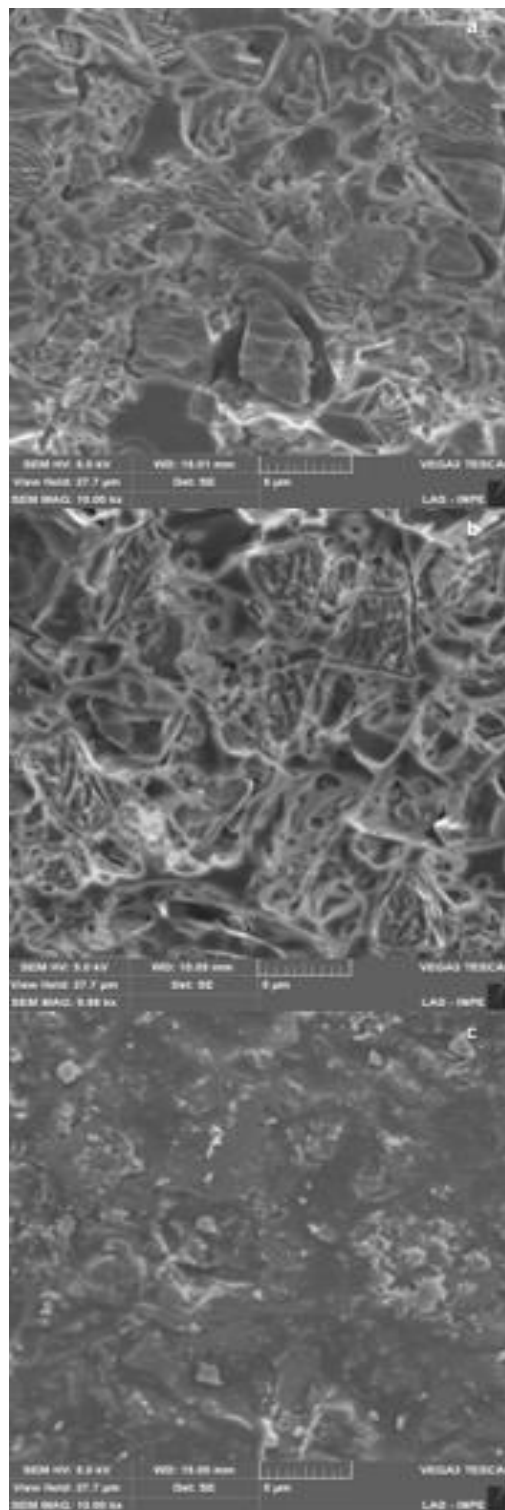


Figura 8: Microscopia Eletrônica de Varredura da Cerâmica Infiltrada por Polímero (PIC): A) PIC-HF20; B) PIC-HF60; C) PIC-P

4.4 Espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Na Espectrometria por energia dispersiva (EDS) foi possível verificar que a composição microestrutural das cerâmicas são LD e PÍC são definitivamente diferentes. Na cerâmica LD, o grupo P causou dissolução de alguns materiais presentes em comparação ao HF20 e HF 60, como a sílica por exemplo. Já no grupo PIC, a dissolução de sílica foi maior em HF60, comparado aos outros dois grupos presente. Diante do teste realizado nota-se a que a quantidade de sílica é relativamente alta no grupo LD (tabela 4).

Tabela 4 – EDS cerâmicas PIC e LD indicando a composição de O, Al, C, Na e Si.

| | O | Al | C | Na | Si |
|-----------------|----------|-----------|----------|-----------|-----------|
| LD-HF20 | 43.4 | 2.6 | 0,4 | 5.4 | 48,8 |
| LD-HF60 | 48.5 | 6.9 | 0,4 | 6.0 | 39.8 |
| LD-P | 37,6 | 13,9 | 0,4 | 6,0 | 36,0 |
| PIC-HF20 | 38.6 | 4.3 | 43.9 | 2.4 | 10.9 |
| PIC-HF60 | 36.2 | 3.0 | 50,2 | 1.8 | 8.8 |
| PIC-P | 44.9 | 2.5 | 41.3 | 2.0 | 9.3 |

5. DISCUSSÃO

O método de condicionamento de superfícies cerâmicas antes da cimentação desempenha um papel muito importante na longevidade das restaurações (Elsaka, 2014) e na resistência de união (Maqbool et al., 2023), além de afetar sua configuração microestrutural (Keshmiri et al., 2020). Este trabalho teve como objetivo avaliar os efeitos do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial e na rugosidade superficial de diferentes cerâmicas (à base de dissilicato de lítio e infiltrada por polímero). Foi observado que o tratamento de superfície não influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial para as cerâmicas avaliadas.

Compreender o desempenho mecânico das cerâmicas odontológicas é um aspecto importante para prever o comportamento clínico dessas restaurações. A resistência à flexão é um teste utilizado para determinar a fragilidade do material, por meio das tensões empregadas, sua resistência à ruptura (Lima et al., 2021). A finalidade do pré-tratamento cerâmico é induzir a microrrugosidade da superfície e, em seguida, a colocação de um primer cerâmico que facilite a adesão a um cimento mais hidrofóbico (Piemjai e Donpinprai, 2023). Uma força de união fraca entre a cerâmica e o cimento resinoso gera uma distribuição não homogênea de forças, que pode resultar em falha coesiva e levar ao enfraquecimento da restauração (Farias et al., 2019; Mörmann et al., 2009).

No presente estudo, para avaliação da confiabilidade da resistência à flexão biaxial foi utilizado o módulo de Weibull, que indica a homogeneidade estrutural do material considerando a distribuição de resistência (Lima et al., 2021). Um menor desempenho foi observado com o condicionamento com ácido fluorídrico a 5% por 20 segundos na cerâmica à base de dissilicato de lítio, provavelmente por produzir menor profundidade de ataque, porém não se pode afirmar que houve diferença estatística entre os outros grupos. Resultados semelhantes foram encontrados nos estudos realizados por Essam et al. (2023) e Murillo-Gómez et al (2018), confirmando que a concentração do produto e o tempo de aplicação podem interferir diretamente nos materiais.

Este fato pode ser comprovado através do resultado obtido no teste de perfilometria, em que o condicionamento com ácido fluorídrico a 5% por 20

segundos produziu menor valor de rugosidade. De acordo com o fabricante, o dissilicato de lítio é indicado para ser condicionado com o ácido fluorídrico a 5% por 20 segundos. Porém, de acordo com o estudo realizado por Murillo-Gómez et al. (2018), este protocolo deve ser alterado, pois o condicionamento forte de materiais compostos, principalmente por fase vítrea, pode danificar a microestrutura interna dos materiais. Além de afetar seu desempenho mecânico, que no caso de lentes de contato são restaurações finas (Murillo-Gómez et al., 2018). Uma diminuição da resistência à flexão pela quantidade de fase vítrea envolvendo os cristais de dissilicato de lítio implicam em maior carga de fratura (Essam et al., 2023).

Um primer cerâmico autocondicionante (Monobond Etch & Prime, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi introduzido no mercado como alternativa ao tratamento padrão de ácido fluorídrico/silano. O novo material visa eliminar o potencial tóxico do ácido fluorídrico, reduzir o tempo e aprimorar a sensibilidade da técnica (Siqueira et al., 2016). Ele é composto por polifluoreto de amônio, um ácido utilizado na corrosão de vidros e silicatos, visando a obtenção de um padrão irregular para retenção micromecânica. O polifluoreto de amônio tem acidez mais suave em comparação com o ácido fluorídrico (El-Damanhoury e Gaintantzopoulou, 2018; Siqueira et al., 2016). No estudo realizado por Maqbool et al. (2023), mesmo quando em contato com a saliva, o primer cerâmico melhorou significativamente a resistência de união de cerâmicas compostas por dissilicato de lítio.

No presente estudo, quando o primer cerâmico foi utilizado para condicionamento da cerâmica infiltrada por polímero apresentou semelhante resistência à flexão biaxial, além de menor rugosidade. Resultado semelhante foi encontrado no estudo realizado por El-Damanhoury e Gaintantzopoulou (2018). Isto pode ser explicado, pois os grupos metoxi do primer contendo silano ligam-se quimicamente tanto com o SiO₂ quanto com os componentes poliméricos integrados da cerâmica infiltrada por polímero, polimerizando com os grupos metacrilato da resina composta disponível na matriz (Duarte et al., 2016).

Protocolos de condicionamento ácido mais fortes quando utilizados na cerâmica infiltrada por polímero dissolvem maior quantidade de fase vítrea, expondo a estrutura polimérica e dificultando uma posterior adesão com o

cimento resinoso. Assim, o protocolo de ataque mais suave disponível deve ser recomendado para tratar esta cerâmica, a fim de tornar a superfície dos materiais áspera, mas preservando a maior parte do conteúdo de silício (Murillo-Gómez et al., 2018).

Os procedimentos de tratamento ideais para cerâmicas infiltradas por polímero não são bem documentados. O efeito da corrosão na cerâmica híbrida e a reação entre o primer/ silano e o material é diferente (Duarte et al., 2016). Esta cerâmica não é afetada em relação à profundidade do ataque, devido à presença de uma rede polimérica em sua composição, que não é sensível à ação do ácido fluorídrico (Murillo-Gómez et al., 2018). O ataque ácido também remove parte da matriz vítrea, pois dissolve parte do polímero, produzindo microporosidades e microcanais (Duarte et al., 2016). A diferença na natureza química das cerâmicas avaliadas leva a variações em suas propriedades mecânicas e em seu desempenho de adesão a diferentes cimentos resinosos (Giordano, 2006).

As proporções de elementos químicos foram calculadas com base na análise de Espectrometria por energia dispersiva, com a intenção de medir a dissolução do conteúdo de oxigênio, alumínio, carbono, sódio e sílica da superfície do material dentro de cada condicionamento. Foi observado que a composição microestrutural das cerâmicas são definitivamente diferentes, com maior dissolução de sílica na cerâmica à base de dissilicato de lítio e de carbono na cerâmica infiltrada por polímero. A quantidade de sílica representa a rede cerâmica de feldspato, enquanto que a quantidade de carbono exibe a porção polimérica (Murillo-Gómez et al., 2018).

O condicionamento com ácido fluorídrico a 5% por 20 segundos realizado na cerâmica à base de dissilicato de lítio, mesmo apresentando semelhança à flexão biaxial e menor valor de rugosidade, causou maior dissolução de sílica. Isso reitera o fato de sua fase vítrea e danos à microestrutura interna. Este protocolo também causou maior dissociação de sílica na cerâmica infiltrada por polímero, dificultando uma posterior adesão com o cimento resinoso (Murillo-Gómez et al., 2018). A menor eficiência do tratamento com ácido fluorídrico em compósitos CAD-CAM com cargas dispersas é justificada pela maioria das cargas não serem compostas de SiO₂ puro. Suas composições minerais contêm

cerâmicas cristalinas ou policristalinas que são menos sensíveis ao ácido fluorídrico (Fouquet et al., 2022).

Utilizar materiais análogos à dentina em abordagens experimentais e analíticas como esta tornam o estudo mais verossímil (Chen et al., 2023). No presente estudo foi utilizada uma resina epóxi preenchida com fibras de vidro tecidas (NEMA grau G10; G10) muito utilizada em análises de diferentes cerâmicas, como a de dissilicato de lítio e infiltrada por polímero (Machry et al., 2021), por apresentar uma satisfatória resistência à flexão biaxial (Merlo et al., 2020).

Este estudo apresenta como limitação o armazenamento das amostras, que não representam a situação clínica do meio bucal, expostos à saliva e suscetíveis à alteração de temperatura. Para estudos futuros são sugeridas análises in vivo para compreensão da longevidade dos procedimentos, de acordo com o condicionamento realizado.

6. CONCLUSÃO

Desta maneira, pode-se concluir que o tratamento de superfície não influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial para as cerâmicas avaliadas. Foi observada uma semelhança em relação à resistência à flexão biaxial quando realizado o condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20, 60 segundos e primer autocondicionante, em relação as cerâmicas de dissilicato de lítio e infiltradas por polímero. O protocolo de condicionamento mais suave deve ser indicado para cerâmicas infiltradas por polímero, pois dissolve menor quantidade de fase vítrea e expõe menos sua estrutura polimérica.

REFERÊNCIAS

- ANNA WINTER, AXEL SCHURIG , ENGELKE RASCHE , FRANZISKA RÖSNER , LISA KANUS , MARC SCHMITTER The flexural strength of CAD/CAM polymer crowns and the effect of artificial ageing on the fracture resistance of CAD/CAM polymer and ceramic single crowns. **J Mater Sci Mater Med**. doi: 10.1007/s10856-019-6347-2; 2019 Dec 23;31(1):9.
- ANTONIO STRAFACE, LENA RUPP, AISTE GINTAUTE, JENS FISCHER, NICOLA U. ZITZMANN AND NADJA ROH STRAFACE ET AL. **Head & Face Medicine** (2019) . HF etching of CAD/CAM materials: influence of HF concentration and etching time on shear bond strength. <https://doi.org/10.1186/s13005-019-0206-8>.
- BELLI R, WENDLER M, DE LIGNY D, CICONI MR, PETSCHelta, PETERLIK H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater** 2017; 33(1):84–98
- CHEN Y, MAGHAMI E, BAI X, HUANG C, POW EHN, TSOI JKH. Which dentine analogue material can replace human dentine for crown fatigue test?. **Dent Mater**. 2023;39(1):86-100. doi:10.1016/j.dental.2022.11.020
- COLDEA A, SWAIN MV, THIEL N. Mechanical properties of polymer-infiltratedceramic-network materials. **Dent Mater**. 2013;29:419–26
- DUARTE S, SARTORI N, PHARK J-H. Ceramic-reinforced polymers: CAD/CAM hybrid restorative materials. **Curr Oral Health Rep** 2016;37:32–48.
- EL-DAMANHOURY HM, GAINANTZOPOULOU MD. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. **J Prosthodont Res**. 2018;62(1):75-83. doi:10.1016/j.jpor.2017.06.002
- ELSAKA SE. Bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to selfadhesive resin cement: the effect of surface treatments. **J Adhes Dent** 2014;16:531–40.

- ESSAM N, SOLTAN H, ATTIA A. Influence of thickness and surface conditioning on fracture resistance of occlusal veneer. **BMC Oral Health**. 2023;23(1):258. Published 2023 May 3. doi:10.1186/s12903-023-02932-0
- FABIÁN MURILLO-GÓMEZ DDS; MARIO F. DE GOES. Effect of Different Silane Treatments on Long-Term Bonding Between Non-Etched Glass-Ceramic and Resin Cement. **ODOVTOS-Int. J. Dent. Sc.** | No.: 19-2: 25-32, 2017. ISSN:1659-1046. 33.
- FARIAS DCS, GONÇALVES LM, WALTERY R, CHUNG Y, BLATZ B. Bond strengths of various resin cements to different ceramics. **Dental Materials Braz Oral Res**. 2019; n33.
- FOUQUET V, LACHARD F, ABDEL-GAWAD S, DURSUN E, ATTAL JP, FRANÇOIS P. Shear Bond Strength of a Direct Resin Composite to CAD-CAM Composite Blocks: Relative Contribution of Micromechanical and Chemical Block Surface Treatment. **Materials (Basel)**. 2022;15(14):5018. Published 2022 Jul 19. doi:10.3390/ma15145018
- GIORDANO R. Materials for chairside CAD/CAM–produced restorations. **J Am Dent Assoc** 2006;137:14S–21S.
- KESHMIRI N, ALAGHEHMAND H, MOKHTARPOUR F. Effect of Hydrofluoric Acid Surface Treatments on Surface Roughness and Three-Point Flexural Strength of Suprinity Ceramic. **Front Dent**. 2020 Sep;17(22):1-7. doi: 10.18502/ffd.v17i22.4316. Epub 2020 Sep 10. PMID: 33615299; PMCID: PMC7883654.
- LIMA CM, SILVA NRD, MARTINS JD, et al. Effect of different surface treatments on the biaxial flexure strength, Weibull characteristics, roughness, and surface topography of bonded CAD/CAM silica-based ceramics. **Dent Mater**. 2021;37(3):e151-e161. doi:10.1016/j.dental.2020.11.009
- MACHRY RV, CADORE-RODRIGUES AC, BORGES ALS, PEREIRA GKR, KLEVERLAAN CJ, VENTURINI AB et al. Fatigue resistance of simplified CAD-CAM restorations: foundation material and ceramic thickness effects on the fatigue behavior of partially- and fully-stabilized zircônia. **Dent Mater**. 2021; 37, pp. 568-577.

MAQBOOL B, REGO HMC, SANTOS GC JR, ARI N, SANTOS MJMC. Effect of different surface treatment protocols on the bond strength between lithium disilicate and resin cements [published online ahead of print, 2023 Apr 10].

Odontology. 2023;10.1007/s10266-023-00809-w. doi:10.1007/s10266-023-00809-w

MARINA BARRÊTO PEREIRA MORENO A, FABIÁN MURILLO-GÓMEZ B, MARIO FERNANDO DE GOES; Physicochemical and morphological characterization of a glass ceramic treated with different ceramic primers and post-silanization protocols. **Dental Materials**_Volume 35, Issue 8, August 2019, Pages 1073-1081.

MERLO EG, Della Bona A, Griggs JA, Jodha KS, Corazza PH. Mechanical behavior and adhesive potential of glass fiber-reinforced resin-based composites for use as dentin analogues. **Am J Dent**. 2020;33(6):310-314.

MONTEIRO JB, et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. *Dent Mater* (2018), MÖRMANN W, WOLF D, ENDER A, BINDL A, GÖHRING T, ATTIN T. Effect of two self-adhesive cements on marginal adaptation and strength of esthetic ceramic CAD/CAM molar crowns. **J Prosthodont** 2009;18:403–10.

MORIMOTO S, REBELLO DE SAMPAIO FB, BRAGA MM, SESMA N, ÖZCAN M. Survival rate of resin and ceramic inlays, onlays, and overlays: a systematic review and meta-analysis. **J Dent Res**. 2016 Aug;95(9):985-94. doi: 10.1177/0022034516652848.

MURILLO-GÓMEZ F, PALMA-DIBB RG, DE GOES MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. **Dent Mater**. 2018;34(6):944-955. doi:10.1016/j.dental.2018.03.013

PIEMJAI M, DONPINPRAI C. Improving retention of dental veneers fabricated from an experimental enamel-based biopolymer compared with CAD/CAM hybrid materials. **Heliyon**. 2023;9(5):e16219. Published 2023 May 12. doi:10.1016/j.heliyon.2023.e16219

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

RAFAEL DE ALMEIDA SPINELLI PINTO A, FILIPE MELO CASTRO B , DAYANNE MONIELLE DUARTE MOURA C , LARISSA MENDONÇA DE MIRANDA D , JEAN SOARES MIRANDA E , RONALDO LUÍS ALMEIDA DE CARVALHO F , RODRIGO OTHAVIO DE ASSUNÇA E SOUZA D, FABÍOLA PESSOA PEREIRA LEITE; Effect of different surface treatments on the micro tensile bond strength to dentin, biaxial flexural strength and roughness of CAD/CAM resin composite and polymer infiltrated ceramic. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**. Volume 131, July 2022, 105257 <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2022.105257>

RAMAKRISHNAIAH R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlinna JP, Vallittu PK. The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics. **Int J Mol Sci**. 2016 May 27;17(6). págs: E822. doi: 10.3390/ijms17060822

SIQUEIRA FS, ALESSI RS, CARDENAS AF, et al. New Single-bottle Ceramic Primer: 6-month Case Report and Laboratory Performance. **J Contemp Dent Pract**. 2016;17(12):1033-1039. Published 2016 Dec 1.

SOUZA R, DA SILVA NR, DE MIRANDA LM, DE ARAÚJO GM, MOURA D, BARBOSA H. Two-year Follow-up of Ceramic Veneers and a Full Crown Treated With Self-etching Ceramic Primer: A Case Report. **Oper Dent**. 2020 Feb 13 In press

WANG F, Yu T, Chen J. Biaxial flexural strength and translucent characteristics of dental lithium disilicate glass ceramics with different translucencies. **J Prosthodont Res**. 2020;64(1):71-77. doi:10.1016/j.jpor.2019.04.007