

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO DE ODONTOLOGIA**

LARISSA COSTA FREITAS

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL E NAS CARACTERÍSTICAS
MICROESTRUTURAIS E TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA
REFORÇADA POR LEUCITA**

Juiz de Fora

2023

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAIXIAL E NAS CARACTERÍSTICAS
MICROESTRUTURAIS E TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA
REFORÇADA POR LEUCITA

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

Orientador: Profa. Dra. 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)

Freitas, Larissa Costa.

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL E NAS CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS E TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA REFORÇADA POR LEUCITA /

Larissa Costa Freitas. -- 2023.

44 f.

Orientadora: Fabíola Pessôa 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. Cerâmica odontológica. 2. adesão. 3. Tratamento de superfície.
I. Leite, Fabíola Pessôa Pereira , orient. II. Miranda, Jean Soares, coorient. III. Título.

LARISSA COSTA FREITAS

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL E NAS CARACTERÍSTICAS
MICROESTRUTURAIS E TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA
REFORÇADA POR LEUCITA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós graduação em Odontologia da Faculdade de 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 28 de setembro 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 - UFJF - *Campus* Governador Valadares

Prof.^a Dr.^a Larissa de Oliveira Reis - Membro titular interno
Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF - *Campus* Governador Valadares

Prof. Dr. Gustavo Oliveira dos Santos - Membro titular externo
Universidade Federal Fluminense - UFF

Juiz de Fora, 31/08/2023.

Documento assinado eletronicamente por **Fabiola Pessoa Pereira Leite, Professor(a)**, em 28/09/2023, 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 28/09/2023, às 15:38, 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 **Larissa de Oliveira Reis, Professor(a)**, em 28/09/2023, às 15:51, 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 **Gustavo Oliveira dos Santos, Usuário Externo**, em 28/09/2023, às 15:53, 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-U f (www2.ufjf.br/SEI) através do ícone Conferência de Documentos, informando o código verificador **1445897** e o código CRC **C5C9FE2F**.

Dedico este trabalho a Deus que me concedeu forças e oportunidade para sua realização. Foi pensando nas pessoas, que executei este projeto, por isso dedico este trabalho a todos aqueles a quem esta pesquisa possa ajudar de alguma forma.

AGRADECIMENTOS

Esta é mais uma etapa concluída em minha vida, e que sozinha, eu jamais conseguiria atingir. Ficam aqui os meus agradecimentos.

Agradeço primeiramente a Deus por tua grandeza e ser meu alicerce, dando-me coragem e sabedoria para trilhar o meu caminho.

Aos meus pais, José de Freitas Guimarães Júnior e Vanda Meire Costa Freitas, que me instruíram com todo amor e não mediram esforços para que eu realizasse o meu sonho de estar aqui, comemorando minhas conquistas e dando colo nos momentos difíceis.

Ao meu irmão, Gabriel Costa Freitas, pelo entendimento do sonho a se concretizar.

Aos meus familiares, por acreditarem em mim e com suas orações me deram forças, proporcionando pensamentos e sentimentos positivos.

Aos amigos, que entenderam minha ausência e por serem sempre pacientes e carinhosos. As minhas colegas orientandas que tornaram mais leve a caminhada. Que compartilharam comigo risos e angústias. Serão sempre lembrados com muito amor e gratidão.

A Prof. Dra Fabíola que me orientou neste trabalho. Ao Prof Dr. Jean pela disponibilidade e auxílio durante esta jornada.

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. A todos os meus mestres e professores que de uma forma muito singular passaram mais do que conhecimentos científicos e pelo carinho ao lecionar.

À Universidade Federal de Juiz de Fora que fez com que um sonho faça realidade.

Agradeço a todos aqueles que de forma direta ou indireta fizeram parte desta realização.

RESUMO

Este trabalho almejou avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial, rugosidade, microestrutura e composição de cerâmicas vítreas. Foram obtidos 54 discos cerâmicos (diâmetro: 12 mm; espessura: 1,2 mm) a partir de blocos CAD/CAM feldspática reforçada por leucita (IPS Empress Cad Cerec, Ivoclar Vivadent). Os discos divididos em três grupos (n=18), de acordo com o tratamento de superfície: ácido hidrófluorídrico 5% 20 s e silano (HF20); ácido hidrófluorídrico 5% 60 s e silano (HF60); e *primer* cerâmico autocondicionante (P). Para análises de rugosidade em perfilômetro óptico digital, microscopia e análise química (energia dispersiva de raios X – EDS) em microscópio eletrônico de varredura, análise do ângulo de contato em goniômetro e dureza knoop em microdurômetro foram utilizadas três amostras de cada grupo. As demais 15 foram cimentadas em disco de resina epóxi (diâmetro: 12 mm; espessura: 2,3 mm), material análogo à dentina com cimento resinoso dual, e submetidas à fadiga mecânica (1,2 x 10⁶ ciclos, 50N, 3,8 Hz) e ao teste de flexão biaxial (1 mm/min; 1.000 Kgf). Os dados da resistência à flexão biaxial (MPa) e à rugosidade (µm) foram submetidos a análise de variância (ANOVA) um fator e teste de Tukey (5%). Para HF20, o resultado foi estatisticamente superior ao HF60 (p < 0,001); P se mostrou similar aos demais. O Weibull indicou que o tratamento de maior confiabilidade foi o P. Com relação ao tempo de condicionamento, verificou-se que o tempo de 60 s aumentou significativamente o valor médio de rugosidade superficial (p < 0,001), em comparação ao de 20 s. As micrografias de superfície indicaram uma alteração maior nos grupos HF em comparação aos grupos P. No EDS, notou-se que o percentual de sílica foi elevado. As microscopias obtidas nos grupos HF evidenciaram o aumento de dissolução da matriz vítrea e a exposição dos demais conteúdos. Já para o grupo P, observa-se uma homogeneidade de superfície maior. Em avaliação de dureza knoop (HK), o maior valor obtido foi para o grupo P. Para a análise do ângulo de contato (°) o menor grau encontrado foi para o grupo HF60. Conclui-se que o tipo de tratamento de superfície interfere na rugosidade e na resistência da cerâmica reforçada com leucita quando diferentes tempos de condicionamento com HF são utilizados. Assim, o *primer* cerâmico autocondicionante pode ser uma alternativa satisfatória de condicionamento para a cerâmicas vítreas

estudada, pois promoveu alterações topográficas favoráveis sem a necessidade de ácido HF.

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

ABSTRACT

This study aimed to evaluate the influence of surface treatment on biaxial flexural strength, roughness, microstructure and composition of glass ceramics. Fifty-four ceramic disks (diameter: 12 mm; thickness: 1.2 mm) were obtained from leucite-reinforced feldspathic CAD/CAM blocks (IPS Empress Cad Cerec, Ivoclar Vivadent). The discs were divided into three groups (n=18), according to the surface treatment: hydrofluoric acid 5% 20 s and silane (HF20); 5% hydrofluoric acid 60 sec and silane (HF60); and self-etching ceramic primer (P). For roughness analysis in a digital optical profile meter, microscopy and chemical analysis (energy dispersive X-rays – EDS) in a scanning electron microscope, analysis of the contact angle in a goniometer and Knoop hardness in a microdurometer, three samples from each group were used. The remaining 15 were cemented on an epoxy resin disc (diameter: 12 mm; thickness: 2.3 mm), material analogous to dentin with dual resin cement, and drinks to mechanical fatigue (1.2×10^6 cycles, 50N, 3, 8 Hz) and the biaxial flexion test (1 mm/min; 1,000 Kgf). Biaxial flexural strength (MPa) and roughness (μm) data were submitted to one-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey's test (5%). For HF20, the result was statistically superior to HF60 ($p < 0.001$); P was similar to the others. Weibull indicated that the most reliable treatment was P. Regarding the accommodation time, it was tolerated that the time of 60 s significantly increased the average value of surface roughness ($p < 0.001$), compared to 20 s. Surface micrographs indicated a greater change in the HF groups compared to the P groups. In the EDS, it was noted that the percentage of silica was high. Transient microscopies in the HF groups showed an increase in the innocence of the vitreous matrix and exposure of the other contents. As for the P group, a greater surface homogeneity is observed. In the evaluation of Knoop hardness (HK), the highest value obtained was for the P group. For the analysis of the contact angle ($^\circ$) the lowest degree found was for the HF60 group. It is concluded that the type of surface treatment interferes with the roughness and resistance of the ceramic treated with leucite when different settling times with HF are used. Thus, the self-etching ceramic primer can be a satisfactory alternative for etching the studied glass ceramic, as it promoted topographic changes without the need for HF acid.

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

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Disco cerâmico após corte e suas respectivas medidas	16
Figura 2 – Delineamento dos grupos da pesquisa	17
Figura 3 – Representação da formação do sólido – Modelo de três camadas	18
Figura 4 – Simulador de fadiga	18
Figura 5 – Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-INPE)	20
Figura 6 – Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN	21
Figura 7- Amostra cerâmica posicionada no microdurômetro	22
Figura 8 - Amostra cerâmica posicionada no goniômetro	23
Quadro 1 – Perfilometria 3D.....	32
Quadro 2 – Microscopia eletrônica de varredura	33

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Marcas comerciais, tipos de material, fabricantes, lotes e composição dos produtos utilizados nos experimentos	16
Tabela 2 – Média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial (MPa), modulo de Weibull (m), resistência característica (σ_c), ângulo de contato($^\circ$) e dureza knoop (HK) e respectivos intervalos de confiança (IC) 95%. Letras maiúsculas diferentes na coluna de teste de flexão indicam diferenças estatísticas entre o tipo de tratamento de superfície dentro de um mesmo grupo cerâmico.....	33
Tabela 3 – Espectometria por energia dispersiva.....	36

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AL	Alumínio
C	Grupo controle
CAD/CAM	Computer-aided design /computer-aided manufacturing
EDS	Espectrometria por energia dispersiva
G10	Resina epóxi análoga de dentina
h	hora
HF	Ácido hidrofluorídrico
HF20	Grupo condicionado por ácido hidrofluorídrico por 20 segundos + Silano
HF 60	Grupo condicionado por ácido hidrofluorídrico por 60 segundos + Silano
HZ	Hertz
IPS	In-plane switching
MB	Tratamento de superfície com Monobond etch & prime
MEP	Monobond Etch & Prime
MEV	Microscopia Eletrônica de varredura
mm	milímetro
min	Minutos
MPA	Milipascal
Na	Sódio
O	Oxigênio
P	Grupo condicionado com primer cerâmico
RPM	Rotações por minuto
s	Segundos
Si	Silício
Zr	Zircônio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	PROPOSIÇÃO	15
2.1	OBJETIVO	15
2.2	HIPÓTESES NULAS	15
3	MATERIAIS E MÉTODOS	16
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	16
3.2	OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS	17
3.3	DELINEAMENTO DOS GRUPOS	18
3.4	CIMENTAÇÃO DAS AMOSTRAS DESTINADAS AO TESTE DE FLEXÃO	19
3.5	FADIGA MECÂNICA	20
3.6	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL	21
3.7	PERFILOMETRIA ÓPTICA	22
3.8	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROMETRIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	22
3.9	DUREZA	23
3.10	ANÁLISE DO ÂNGULO DE CONTATO	23
3.11	ANÁLISES ESTATÍSTICAS	25
4	ARTIGO	26
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	41
6	REFERÊNCIAS	42

1 INTRODUÇÃO

A maior demanda de utilização das cerâmicas odontológicas clinicamente fez aumentar a exigência por materiais com boa capacidade estética, resistência e estabilidade de cor das mesmas. No entanto, considerando a natureza friável destes materiais, a busca por melhores propriedades mecânicas ocorre por meio do desenvolvimento de novas formas de processamento e do aumento do conteúdo cristalino em sua composição (RAMOS et al., 2016).

Nesse interim, os blocos cerâmicos CAD/CAM (computer aided design / computer aided manufacturing) de alta resistência vem tornando-se cada vez mais populares (AWADA e NATHANSON, 2015). Tais avanços, juntamente com os aprimoramentos nos agentes adesivos, expandiram as possibilidades das restaurações cerâmicas totalmente minimamente invasivas; isso se deve à diminuição da necessidade de confiar apenas na retenção mecânica, resultando em resultados estéticos de alta qualidade (de SOUZA CARVALHO et al., 2022). A eficácia das restaurações cerâmicas depende grandemente dos procedimentos adesivos, pois problemas na adesão podem levar ao desprendimento ou quebra do material. Além disso, uma ligação sólida proporciona não somente retenção, mas também aprimora o encaixe preciso da restauração na margem (LAWSON E BURGESS, 2016; DE SOUZA CARVALHO ET AL., 2022).

Introduzido em 1998, o primeiro CAD/CAM de vitrocerâmica reforçado com leucita bloco foi o ProCAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Esse evoluiu para o atual IPS Empress CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) que é uma vitrocerâmica reforçada com 35% a 45% de leucita com partículas mais finas (1 μm a 5 μm) (EL ZHAWI et al., 2016) e apresenta valores de resistência à flexão e dureza adequados para aplicações clínicas (Stawarczyk et al., 2014). Mas estudos avaliando sua resistência à fratura após diferentes tratamentos de superfície, concluíram que o tratamento de superfície nesse aspecto (Stawarczyk et al., 2014; Chen et al. (2018)). O que destaca a importância de considerar não apenas as propriedades mecânicas intrínsecas do material, mas também os protocolos de tratamento de superfície utilizados para melhorar suas propriedades mecânicas.

Com o intuito de aumentar a aderência do cimento resinoso à superfície da cerâmica vítrea, diversas abordagens foram sugeridas. Essas variações englobam

desde o tratamento com ácido hidrófluorídrico (HF) e subsequente aplicação de silano, até o uso de jateamento com óxido de alumínio, revestimento com partículas moduladas por sílica e, em tempos mais recentes, a utilização de vários tipos de lasers e primers cerâmicos (LIMA, 2021). Todavia, mesmo quando utilizado o tratamento mais consagrado, com HF, ainda parece haver algumas inconsistências na literatura científica, pois apesar da concentração de 5% por 60 segundos ser o padrão (STRAFAGE et al, 2019) outro de condicionamento, alguns trabalhos variam de 5 e 10% e de 20 a 120 segundos (NAVES et al., 2010). A preocupação que fica é em relação a quanto a superfície da cerâmica se tornará porosa e irregular com essas modificações de concentração e tempo de condicionamento (El- Damanhoury e Gaintantzopoulou, 2018).

Já a utilização do primer cerâmico que condiciona a superfície em uma única etapa, tem sido realizada como alternativa ao tratamento convencional com o HF, visto que esse último pode degradar excessivamente a matriz vítrea cerâmica (DAPIEVE *et al.*, 2020). Algumas vantagens são observadas com o uso do primer em comparação ao HF, como menor toxicidade, (EL-DAMANHOURY e GAINANTZOUPOULOU, 2018) e simplificação da técnica (MURILLO GÓMEZ e DE GÓES, 2019). O mecanismo de ação é uma interação do polifluoreto de amônio com a superfície cerâmica limpa para obter uma superfície cerâmica áspera, que aumenta a área de superfície e permite o intertravamento micromecânico, proporcionando assim uma reação entre o conteúdo de silano e a superfície vitrocerâmica, resultando em uma fina camada quimicamente ativa, que posteriormente irá interagir com o cimento resinoso (SCHERER et al., 2018).

São inúmeros os testes e metodologias disponíveis na literatura para avaliar a resistência biaxial dessas cerâmicas. Porém, raramente eles simulam de fato uma cimentação a algum substrato; por exemplo, pode ser utilizada uma resina epóxi preenchida com fibras de vidro trançadas (NEMA G10), que apresenta módulo elástico similar ao da dentina, o que permite compreender melhor a falha e o estado de estresse observados clinicamente em próteses. Esse material é considerado análogo à dentina no que diz respeito às propriedades elásticas e à resistência de união ao cimento resinoso (KELLY *et al.*, 2010; LIMA *et al.* 2021). Além disso, ainda são escassas na literatura pesquisas que almejem entender o comportamento dos materiais sob envelhecimento, como a ciclagem mecânica.

Na literatura há poucos trabalhos avaliando a resistência biaxial das cerâmicas, quando estas estão cimentadas a algum substrato, não sendo assim possível analisar o comportamento do material a partir de sua qualidade de adesão após cimentação. Assim como há poucos estudos que realizaram a ciclagem mecânica a partir de diferentes tratamentos de superfície. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do tipo de tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial, na rugosidade, na microestrutura, na molhabilidade e na dureza da superfície de uma cerâmica feldspática reforçadas com leucita cimentada em um análogo de dentina após diferentes tipos de condicionamento (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

Verificar a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão biaxial, na rugosidade, na microestrutura, na molhabilidade e na dureza de uma cerâmica feldspática reforçada por leucita CAD/CAM cimentada em análogo de dentina e envelhecidas mecanicamente.

2.2 HIPÓTESES NULAS

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

- 1) na resistência à flexão;
- 2) na rugosidade de superfície;
- 3) na composição química;
- 4) na microestrutura
- 5) na dureza;
- 6) e no ângulo de contato.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Na Tabela 1 estão listados os materiais examinados neste estudo, juntamente com as marcas comerciais, produtores e números de lote correspondentes.

Marca Comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote	Composição
Empress Cad A3	Feldspática reforçada por leucita	Ivoclar Vivadent	1802797 9	Quartzo, feldspato de potássio e cristais de leucita
RelyXCeramic Primer	Silano	3M ESPE	N822741	Álcool etílico, água e 3-trimetoxissililpropilo metacrilato
G10	Resina epóxi reforçada com fibras de vidro	Nema Grade		polímero reforçado por fibras de vidro
Condac Porcelana	Ácido Hidrofluorídrico a 5%	FGM	171116	Ácido hidrofluorídrico, água,
Cimento RelyX Ultimate	Cimento resinoso Autocondicionante / Autoadesivo	3M ESPE	660910	Pasta base: Pó de vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil, 1,1'-[1-(hydroxymetil)-1,2-ethanodiy] éster, dimetacrilato de trietileno glicol (TEG-DMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetilhexanoato t-butila. Pasta catalisadora: Pó de vidro tratado com silano,
Monobond Etch& Prime	Primer cerâmico autocondicionante	Ivoclar Vivadent	V50443	Solução aquosa alcoólica de polifluoreto de amônio, metacrilato de silano, ácido fosfórico, metacrilato e corante.

Single Bond	Adesivo	3M	M9868	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-dimetilbenzocaina, metacrilato de 2-dimetamonoetilo, metil etil
--------------------	----------------	-----------	--------------	--

Tabela 1 – Marcas comerciais, tipos de material, fabricantes, lotes e composição dos produtos e utilizados nos experimentos

3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

Para realização do estudo foram utilizados blocos CAD/CAM de cerâmica: feldspática reforçada por leucita (IPS Empress Cad Cerec, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein - L), os quais foram arredondados com lixas de carvão de silício de granulações crescentes (200, 400 e 600) em uma Lixadeira (Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma, São Paulo, SP, Brasil). Obteve-se então, cilindros cerâmicos com 12 mm de diâmetro (Figura 1 A). Em seguida, foram fatiados 54 discos de (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura – ISO 6872 em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com o auxílio de um disco de corte diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA) em uma velocidade de 375 rpm, e refrigeração com água.

Todos os discos cerâmicos foram submetidos a um ciclo de cristalização, realizado em forno (Programat EP5000, Ivoclar Vivadent), de acordo com as recomendações de temperatura fornecidas pelo fabricante. Posteriormente, suas dimensões foram mensuradas novamente com paquímetro digital (Paquímetro Digital, Pró-Fono, Carapicuíba, SP, Brasil) (Figura 1B e 1C).



Figura 1 – Disco cerâmico após o corte e suas respectivas medidas

A resina epóxi (NEMA G10), foi aderida a um dispositivo metálico cilíndrico de 12mm de diâmetro e foram fatiadas de maneira semelhante ao das cerâmicas em discos de 2,3 mm. Obtendo-se 45 amostras (12 mm de diâmetro e 2,3 mm de espessura). Os discos foram polidos com lixas de carbeto de silício (SiC) de granulações 240, 400, 600, 1200 e 2000 (Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma, São Paulo, SP, Brasil).

Todos os discos, cerâmicos e de resina, foram lavados com álcool isopropílico em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli – Campo Mourão, Paraná, Brasil), durante oito minutos, com a superfície a ser tratada voltada para baixo.

3.3 DELINEAMENTO DOS GRUPOS E TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

Inicialmente os discos cerâmicos foram divididos em 3 grupos (n=18), de acordo com o tipo de tratamento de superfície: condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5% por 20s, seguido da aplicação de silano (HF20); condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5% por 60s, seguido da aplicação de silano (HF60) e aplicação de um primer cerâmico (Monobond Etch & Prime - P).

Os grupos HF tiveram uma de suas superfícies condicionadas com ácido hidrofúorídrico 5% (FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil. Logo após o condicionamento, cada amostra teve sua superfície lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo de aplicação o ácido. 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 tamanho regular (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por 60s.

O grupo P foi aplicado usando um aplicador de tamanho regular Microbrush durante 20 segundos. Em seguida, foi aguardado um intervalo de 40 segundos antes de proceder à lavagem da superfície com um jato de ar e água, com duração de 10 segundos.

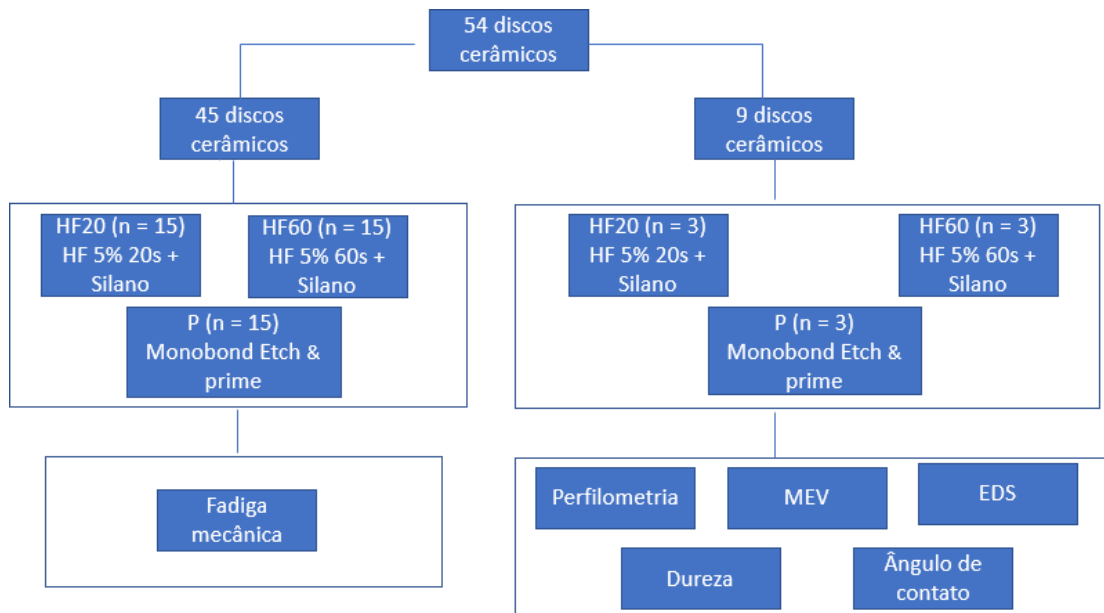


Figura 2 – Delineamento dos grupos da pesquisa.

3.4 Cimentação das amostras destinadas ao teste de flexão

Após o tratamento de superfície, foi realizada a cimentação igualmente 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 o uso de 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), o qual foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante; A inserção foi imediata 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). A fotopolimerização ocorreu

durante 60 segundos na superfície cerâmica das amostras, e adicionalmente por mais 60 segundos em cada lado da junção adesiva, com uma intensidade de 1400 mW/cm^2 (VALO, Ultradent, Salt Lake City, EUA). Após a cimentação, todas as amostras foram imersas em água destilada e mantidas a 37°C em uma estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), por um período de 24 horas.

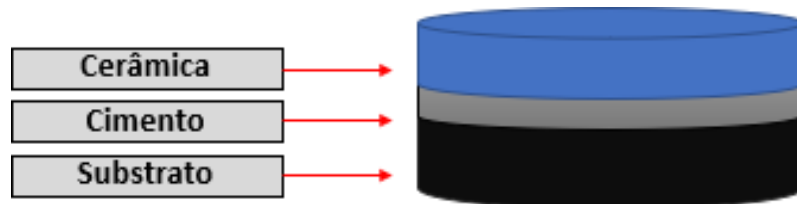


Figura 3 - Representação da formação do sólido – Modelo de três camadas

3.5 Fadiga mecânica

Os quinze corpos de prova de cada grupo foram submetidos ao ensaio de ciclagem mecânica ($1,2 \times 10^6$ ciclos, 50N, 4 Hz) em uma máquina simuladora de fadiga mecânica (Biocycle, BioPDI, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 4). A superfície que recebeu a carga foi a cerâmica. Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37°C . Para a fixação das amostras no equipamento foi utilizado um dispositivo metálico (41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura, sendo que em sua face superior, haviam três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas, equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872).

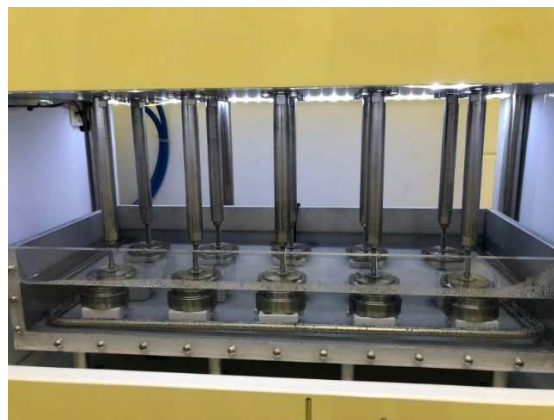


Figura 4 – Simulador de fadiga

3.6 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Os corpos de prova cimentados de cada um dos grupos (n=15) foram submetidos ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (Bio, BioPDI, São Carlos, SP, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kgf até o momento da fratura. Para realização do teste foi utilizado um dispositivo metálico (41,5 mm de diâmetro, 25 mm de altura, possuindo três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros - ISO 6872). O qual foi encaixado em um recipiente metálico (42 mm de diâmetro por 31 mm de altura), que foi preenchido com água para que a amostra permanecesse imersa em água durante todo o ensaio.

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

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

Onde: S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal;

P = Total de carga necessária para causar a fratura, em Newton; d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros.

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

$$XX = (1 + \nu) In \frac{r2}{r3}^2 + \frac{1 - \nu^2}{2} \frac{r2}{r3}$$

$$Y = (1 + \nu) \left(1 + In \frac{r1}{r3} \right)^2 + (1 - \nu) \frac{r1}{r3}$$

Onde:

ν = Razão de Poisson

r1 = Raio do círculo do suporte, em milímetros

r2 = Raio da área da carga, em milímetros

r3 = Raio da amostra, em milímetros

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

3.7. Perfilometria óptica

Três discos de cada conjunto, que foram submetidos ao tratamento de superfície, mas não foram cimentados, foram empregados para a realização do teste de rugosidade. Para esse fim, utilizou-se um perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) que estava conectado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, Tucson, EUA). Esse software permitiu a captura de micrografias da superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e a medição da rugosidade superficial (conforme ilustrado na Figura 5). A medição da rugosidade Ra foi efetuada em quatro áreas diferentes de cada amostra (norte, sul, leste e oeste), a uma distância de 1,6 mm, com uma velocidade de 0,05 mm/s.



Figura 5– Perfilômetro óptico digital com amostra posicionada (LAS-INPE)

3.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Para este experimento, foram utilizadas as amostras que previamente haviam passado pelo teste de rugosidade. Anteriormente a essa análise foi realizada a limpeza das amostras com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda., Guarulhos, São Paulo, Brasil) com o auxílio de uma escova dental macia (Sorriso – Colgate Palmolive Comercial Ltda., São Bernardo do Campo, São Paulo, Brasil).

Em seguida, os discos foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda., Guarulhos, São Paulo, Brasil) durante oito minutos, e limpos com acetona

60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP, Taquaritinga, São Paulo, Brasil) pelo mesmo tempo. As amostras foram secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e então, posicionadas em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono e liga de ouro. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas mesmas. Por fim, elas foram analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (TESCAN, modelo MIRA3; Kohoutovice, República Tcheca) em alto vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD. Foi realizada a análise de superfície com magnificação de 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 TESCOAN modelo MIRA3, Kohoutovice, República Tcheca) (Figura 6) e utilizando o sistema EDS da Oxford Instruments (modelo X-MAXN, Abingdon, Oxfordshire, Inglaterra), com software AZ tec Live (Abingdon, Oxfordshire, Inglaterra). Para cada área medida da amostra (1mm²), os principais elementos foram analisados durante um período de 100 segundos em *real time*.



Figura 6- Microscópio Eletrônico de Varredura TESCOAN, modelo MIRA3

3.9 Dureza

Esta análise foi realizada pelo teste de dureza Knoop (HNV-2T E, Quioto, Quioto, Japão). Para realizar o ensaio de dureza, as mesmas três amostras de cada grupo, que foram condicionadas, mas não foram cimentadas, com a superfície caracterizada exposta para estabilidade e regularização das mesmas foram lavadas em cuba ultrassônica com álcool isopropílico por 5 minutos. Em seguida, foram polidas

em lixas com granulação 500x, 2.000x e 10.000x, sob refrigeração a água. Foram limpas em álcool isopropílico em banho ultrassônico por 5 minutos. Após foram levadas ao durômetro e uma carga de 300 gramas por 15 segundos foi aplicada pelo indentador, em três diferentes áreas da amostra e posteriormente foi feita a média da dureza de cada amostra. Os dados da dureza (HV) foram calculados através do valor de aplicação de força, o comprimento da diagonal, e o ângulo entre as faces opostas do indentador. Foram feitas cinco aferições por corpo de prova.



Figura 7: Amostra cerâmica posicionada no microdurômetro

3.10 Molhabilidade

Para a análise do ângulo de contato, foram utilizados os mesmos três espécimes de cada grupo, que foram condicionados, mas não foram cimentados. A aferição foi feita por meio de um goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers, Mountain Lakes, Nova Jersey, EUA). O qual é conectado a um computador equipado com software específico (RHI 2001 Imaging Software). Uma gota de água destilada foi colocada sobre a superfície cerâmica usando uma seringa e o ângulo de contato foi medido por 10s (30 quadros/s). Foram realizadas cinco avaliações para cada amostra, totalizando 15 medidas por grupo.

Figura 8: Amostra cerâmica posicionada no goniômetro

3.11 Análises estatísticas

A capacidade do teste foi evidenciada utilizando a ferramenta OpenPi, onde as médias dos grupos com as maiores e menores resistências à flexão foram comparadas, levando em consideração os desvios-padrão correspondentes, um tamanho amostral de 15 e um intervalo de confiança de 95%. A normalidade e a igualdade de variâncias dos dados foram avaliadas por meio dos testes de Shapiro-Wilk e Levene, respectivamente. O nível de significância adotado foi o convencional de 5%.

Os dados referentes à resistência à flexão biaxial (em unidades de MPa) foram submetidos a uma análise estatística tanto descritiva, que incluiu a média e o desvio padrão, quanto inferencial. Para a análise inferencial, foi empregado o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) um fator, seguido pelo teste de comparações múltiplas de Tukey. Essa abordagem foi adotada para avaliar as diferenças estatísticas entre os grupos em estudo.

A análise de Weibull foi empregada para examinar a confiabilidade do ensaio de resistência à flexão, bem como para identificar a uniformidade estrutural do

material. Nesse contexto, foram considerados o parâmetro Weibull (m) e a resistência característica, com um intervalo de confiança de 95%.

Os valores quantitativos da rugosidade superficial, adquiridos por meio da técnica de perfilometria óptica, foram sujeitos a uma análise estatística, que incluiu a descrição das medidas (média e desvio padrão) e a inferência estatística. Essa inferência foi conduzida usando o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) com um único fator, acompanhado pelo teste de comparações múltiplas de Tukey.

As análises estatísticas foram realizadas utilizando os softwares computacionais MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, GraphPad, 2012). O nível de significância escolhido para avaliar a relevância estatística foi o valor convencional de 5%.

A análise estatística de dureza e da análise do ângulo de contato foi realizada pelo teste de ANOVA ($p \leq 0,05$), seguido do teste de *Tukey* para revelar entre quais grupos haverá diferença.

4 ARTIGO

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL E NAS CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS E TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA REFORÇADA POR LEUCITA

1 INTRODUÇÃO

A maior demanda de utilização das cerâmicas odontológicas clinicamente fez aumentar a exigência por materiais com boa capacidade estética, resistência e estabilidade de cor das mesmas. No entanto, considerando a natureza frável destes materiais, a busca por melhores propriedades mecânicas ocorre por meio do desenvolvimento de novas formas de processamento e do aumento do conteúdo cristalino em sua composição (RAMOS et al., 2016).

Nesse interim, os blocos cerâmicos CAD/CAM (computer aided design / computer aided manufacturing) de alta resistência vem tornando-se cada vez mais populares (AWADA e NATHANSON, 2015). Tais avanços, juntamente com os aprimoramentos nos agentes adesivos, expandiram as possibilidades das

restaurações cerâmicas totalmente minimamente invasivas; isso se deve à diminuição da necessidade de confiar apenas na retenção mecânica, resultando em resultados estéticos de alta qualidade (de SOUZA CARVALHO et al., 2022). A eficácia das restaurações cerâmicas depende grandemente dos procedimentos adesivos, pois problemas na adesão podem levar ao desprendimento ou quebra do material. Além disso, uma ligação sólida proporciona não somente retenção, mas também aprimora o encaixe preciso da restauração na margem (LAWSON E BURGESS, 2016; DE SOUZA CARVALHO ET AL., 2022).

Introduzido em 1998, o primeiro CAD/CAM de vitrocerâmica reforçado com leucita bloco foi o ProCAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Esse evoluiu para o atual IPS Empress CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) que é uma vitrocerâmica reforçada com 35% a 45% de leucita com partículas mais finas (1 μm a 5 μm) (EL ZHAWI et al., 2016) e apresenta valores de resistência à flexão e dureza adequados para aplicações clínicas (Stawarczyk et al., 2014). Mas estudos avaliando sua resistência à fratura após diferentes tratamentos de superfície, concluíram que o tratamento de superfície nesse aspecto (Stawarczyk et al., 2014; Chen et al. (2018)). O que destaca a importância de considerar não apenas as propriedades mecânicas intrínsecas do material, mas também os protocolos de tratamento de superfície utilizados para melhorar suas propriedades mecânicas.

Com o intuito de aumentar a aderência do cimento resinoso à superfície da cerâmica vítrea, diversas abordagens foram sugeridas. Essas variações englobam desde o tratamento com ácido hidrofúorídrico (HF) e subsequente aplicação de silano, até o uso de jateamento com óxido de alumínio, revestimento com partículas moduladas por sílica e, em tempos mais recentes, a utilização de vários tipos de lasers e primers cerâmicos (LIMA, 2021). Todavia, mesmo quando utilizado o tratamento mais consagrado, com HF, ainda parece haver algumas inconsistências na literatura científica, pois apesar da concentração de 5% por 60 segundos ser o padrão (STRAFACE et al, 2019) outro de condicionamento, alguns trabalhos variam de 5 e 10% e de 20 a 120 segundos (NAVES et al., 2010). A preocupação que fica é em relação a quanto a superfície da cerâmica se tornará porosa e irregular com essas modificações de concentração e tempo de condicionamento (El-Damanhoury e Gaintantzopoulou, 2018).

Já a utilização do primer cerâmico que condiciona a superfície em uma única etapa, tem sido realizada como alternativa ao tratamento convencional com o HF,

visto que esse último pode degradar excessivamente a matriz vítrea cerâmica (DAPIEVE *et al.*, 2020). Algumas vantagens são observadas com o uso do primer em comparação ao HF, como menor toxicidade, (EL-DAMANHOURY e GAINANTZOPOULOU, 2018) e simplificação da técnica (MURILLO GÓMEZ e DE GÓES, 2019). O mecanismo de ação é uma interação do polifluoreto de amônio com a superfície cerâmica limpa para obter uma superfície cerâmica áspera, que aumenta a área de superfície e permite o intertravamento micromecânico, proporcionando assim uma reação entre o conteúdo de silano e a superfície vitrocerâmica, resultando em uma fina camada quimicamente ativa, que posteriormente irá interagir com o cimento resinoso (SCHERER *et al.*, 2018).

São inúmeros os testes e metodologias disponíveis na literatura para avaliar a resistência biaxial dessas cerâmicas. Porém, raramente eles simulam de fato uma cimentação a algum substrato; por exemplo, pode ser utilizada uma resina epóxi preenchida com fibras de vidro trançadas (NEMA G10), que apresenta módulo elástico similar ao da dentina, o que permite compreender melhor a falha e o estado de estresse observados clinicamente em próteses. Esse material é considerado análogo à dentina no que diz respeito às propriedades elásticas e à resistência de união ao cimento resinoso (KELLY *et al.*, 2010; LIMA *et al.* 2021). Além disso, ainda são escassas na literatura pesquisas que almejem entender o comportamento dos materiais sob envelhecimento, como a ciclagem mecânica.

Na literatura há poucos trabalhos avaliando a resistência biaxial das cerâmicas, quando estas estão cimentadas a algum substrato, não sendo assim possível analisar o comportamento do material a partir de sua qualidade de adesão após cimentação. Assim como há poucos estudos que realizaram a ciclagem mecânica a partir de diferentes tratamentos de superfície. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do tipo de tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial, na rugosidade, na microestrutura, na molhabilidade e na dureza da superfície de uma cerâmica feldspática reforçadas com leucita cimentada em um análogo de dentina após diferentes tipos de condicionamento (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

Foram obtidas cinquenta e quatro amostras a partir de blocos CAD/CAM de cerâmica: feldspática reforçada por leucita (IPS Empress Cad Cerec, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein - L). Os quais foram arredondados com lixas de carbeto de silício de granulações crescentes (200, 400 e 600) em uma Lixadeira (Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma, São Paulo, SP, Brasil). Obteve-se então, cilindros cerâmicos com 12 mm de diâmetro. Em seguida, foram fatiados 54 discos de (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura – ISO 6872 em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com o auxílio de um disco de corte diamantado (Extec High Concentration; Extec, Enfield – CT, EUA) em uma velocidade de 375 rpm, e refrigeração com água. Em todas as amostras, foi conduzido um processo de cristalização, utilizando um forno específico (Programat EP5000, IvoclarVivadent), de acordo com as temperaturas recomendadas pelo fabricante. Após esse processo, as amostras foram submetidas a um procedimento de polimento, utilizando lixas com diferentes granulações (240, 400, 600 e 1200 grit). Em conformidade com a norma ISO/CD 32 6872, as amostras foram ajustadas para as dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura.

2.2 Delineamento dos grupos

Foram geradas 54 amostras cerâmicas. Foram realizados três tipos de tratamento de superfície (n=18): condicionamento com ácido hidrófluorídrico 5% por 20s, seguida pela aplicação de silano (HF20); condicionamento com ácido hidrófluorídrico 5% por 60s, seguida pela aplicação de silano (HF60) e aplicação de um primer cerâmico (Monobond Etch & Prime - P). Destes (n=15), foram cimentadas em A resina epóxi (NEMA G10), que é um análogo de dentina, e foram utilizadas para o ensaio de resistência à flexão biaxial. As demais amostras (n=9) foram utilizadas para os testes de: Perfilometria óptica, Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva, Dureza e análise do ângulo de contato.

2.3 Cimentação

Os discos de resina epóxi foram preparados apenas com a aplicação do adesivo universal (Single Bond Universal, St Paul, MN, EUA) com o uso de 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), o qual foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante; A inserção foi imediata 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. O material foi fotoativado por um período de 60 segundos na face oposta ao material. Adicionalmente, uma exposição de mais 60 segundos ocorreu em cada lado da interface adesiva. Esse procedimento foi realizado usando o aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO (Ultradent, EUA), que tinha uma intensidade de 1400 mW/cm². Após a cimentação, todas as amostras foram colocadas em água destilada e mantidas em uma estufa (modelo Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), a uma temperatura de 37°C, pelo período de 24 horas.

2.4 Análises qualitativas

2.4.1 Perfilometria Óptica

Foram preparadas três amostras para examinar a morfologia da superfície, portanto, essas amostras não foram cimentadas. Um perfilômetro óptico digital Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) foi ligado a um computador equipado com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA), o que possibilitou a captura de micrografias da superfície e a medição da rugosidade superficial. O *software* utilizado para gerar as imagens fornece informações sobre a média aritmética (Ra) dos picos e vales presentes na área analisada, expressa como Ra.

2.4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As análises foram conduzidas por meio de um Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN (modelo MIRA 3), operando em um ambiente de alto vácuo e

usando um detector de elétrons secundários ETD. Esse equipamento foi utilizado para realizar a análise da superfície e para quantificar o tamanho médio dos grãos presentes, sendo realizada com uma ampliação de 10.000 vezes.

2.4.3 ESPECTOMETRIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

Foram examinados os componentes químicos presentes no material cerâmico utilizando a técnica de Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X(EDS). O EDS foi empregado juntamente com um microscópio eletrônico de varredura (MEV), utilizando o sistema desenvolvido pela OXFORD INSTRUMENTS (modelo X-MAXN) e o *software* AZtec Live. As medições foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e com uma voltagem de aceleração de 20 kV. Não houve a aplicação de qualquer revestimento condutor nas amostras. Para cada área medida em uma amostra, os principais elementos foram analisados durante um período de 100 segundos em *real time*.

2.5 Ensaio Mecânicos

2.5.1 Fadiga Mecânica

As amostras passaram por um teste de ciclagem mecânica utilizando uma máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo – SP, Brasil), realizando $1,2 \times 10^6$ ciclos. Durante esse teste, uma carga de 50 N foi aplicada nas amostras a uma frequência de 3,8 Hz. A aplicação da carga foi executada no centro das amostras através de um pistão de aço inoxidável com uma ponta arredondada, cujo raio de curvatura era de 1,5 mm. A carga foi aplicada na face oposta daquela que tinha recebido os tratamentos de superfície.

2.5.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As amostras foram sujeitas a um teste de resistência à flexão biaxial utilizando uma máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Campos/SP, Brasil). Um penetrador de tungstênio com base plana (conforme norma

ISO 6872, diâmetro de 1,6 mm) foi fixado à célula de carga. Este penetrador aplicou gradualmente uma carga na região central da face oposta àquela tratada (área de compressão). O teste foi realizado a uma velocidade de 1 mm/min, com uma célula de carga de 1.000 Kgf, até que ocorresse a fratura catastrófica das amostras.

2.5.3 Dureza

A avaliação foi conduzida utilizando o teste de dureza Knoop (HMV-2T E, Quioto, Quioto, Japão). As amostras foram submetidas ao durômetro, onde um indentador aplicou uma carga de 300 gramas durante 15 segundos em seis áreas distintas da amostra. Posteriormente, as médias de dureza foram calculadas para cada amostra. Os valores de dureza (HV) foram determinados considerando a força aplicada, o comprimento da diagonal e o ângulo entre as faces opostas do indentador. Três medições foram realizadas para cada corpo de prova.

2.5.4 Análise do ângulo de contato

A medição foi realizada utilizando um goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers, Mountain Lakes, Nova Jersey, EUA). Esse equipamento foi conectado a um computador contendo um software específico (RHI 2001 Imaging Software). Uma pequena gota de água destilada foi posicionada sobre a superfície cerâmica com o auxílio de uma seringa, e o ângulo de contato foi medido ao longo de 10 segundos, com uma captura de 30 quadros por segundo. Para cada amostra, foram conduzidas cinco medições, totalizando 15 medições por grupo.

2.6 Análises estatísticas

Os valores quantitativos derivados da perfilometria óptica foram submetidos a uma análise estatística usando o teste de análise de variância (ANOVA de 1 fator), após verificar a adequação da distribuição dos resíduos e considerando também os resultados dos testes de dureza e ângulo de contato. Ao observar diferenças entre os grupos, aplicou-se o teste de comparações múltiplas de Tukey (nível de significância

de 5%) para identificar quais grupos apresentavam diferenças estatisticamente significativas.

Os valores numéricos obtidos a partir do teste de resistência à flexão biaxial foram submetidos a uma análise estatística descritiva, incluindo média e desvio padrão. Além disso, a análise inferencial foi conduzida utilizando o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) juntamente com o teste de comparações múltiplas de Tukey.

O nível de significância adotado para todas essas análises foi o valor tradicional de 5%.

3 RESULTADOS

3.1 Resistência à flexão biaxial, confiabilidade e rugosidade

O resultado na análise estatística está disposto na Tabela 2. Houve diferença de resistência a flexão nos diferentes tipos de tratamento ($p < 0,001$). O grupo HF20 obteve valores de resistência a flexão estatisticamente superiores aos do grupo HF60. No entanto, o grupo P apresentou valores de resistência a flexão similares aos demais grupos (HF20 e HF60).

Grupos	N	Flexão biaxial (MPa)	Weibull (m)	95% CI for m	Weibull Characteristic strength σ_c (MPa)	95% CI for σ_c (MPa)	Rugosidade (μm)	Molhabilidade ($^\circ$)	Dureza (HK)
P	15	1107 \pm 201,3 AB	10,4	9,0-11,9	1158,46	1372,19 - 944,73	0,27 \pm 0,04 C	30,23 \pm 3,18 C	665,7 \pm 7,2 A
HF20	15	1207 \pm 117,8 A	6,1	5,7-6,5	1325,15	1882,84 - 767,46	0,46 \pm 0,05 B	37,23 \pm 3,36 A	546,2 \pm 39,1 C
HF60	15	954 \pm 140,4 B	7,9	7,0-8,8	1006,37	1259,82 - 752,91	0,67 \pm 0,02 A	27,62 \pm 7,72 B	\pm 523,8 \pm 6,6 B
		$p < 0,001$					$p < 0,01$	$p < 0,001$	$p < 0,001$

Tabela 2 – Média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial (MPa), modulo de *Weibull* (m), resistência característica (σ_c), ângulo de contato($^\circ$) e dureza knoop (HK) e respectivos intervalos de confiança (IC)¹ 95%. Letras maiúsculas diferentes na coluna de teste de flexão indicam diferenças estatísticas entre o tipo de tratamento de superfície dentro de um mesmo grupo cerâmico.

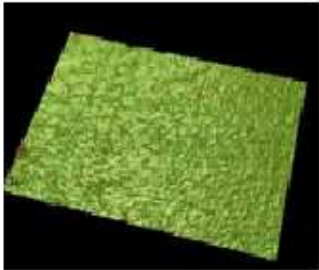
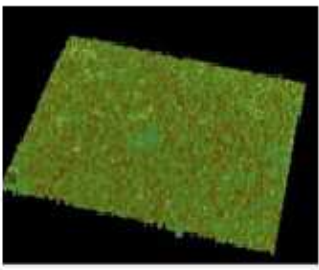
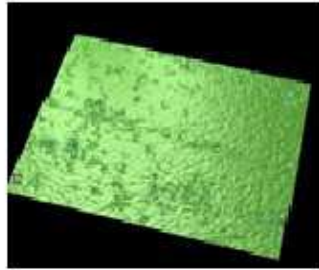
Diante dos dados expostos e analisados, permite-se afirmar que no material apresentado, o tratamento de superfície influenciou significativamente a resistência à

flexão biaxial. A análise dos dados, permite afirmar que para o grupo condicionado com primer cerâmico produziu aumento da resistência à flexão biaxial, enquanto os grupos HF, geraram uma resistência inferior.

Os resultados da análise de Weibull indicaram que o maior valor de confiabilidade foi encontrado para o tratamento de superfície com o primer cerâmico (P). Já o menor valor de confiabilidade foi obtido quando se realizou o condicionamento com ácido hidrófluorídrico por 60 segundos. A confiabilidade do teste de resistência à flexão biaxial está relacionada a homogeneidade estrutural do material.

Nas imagens da perfilometria observou-se padrões diferentes topografia superficial. Com relação ao tempo de condicionamento com utilização do ácido fosfórico, verificou-se que o tempo de 60 segundos, em comparação ao de 20 segundos, aumentou o número de picos e vales da cerâmica. Já a aplicação do primer cerâmico, proporcionou uma topografia de superfície mais homogênea (Quadro 1).

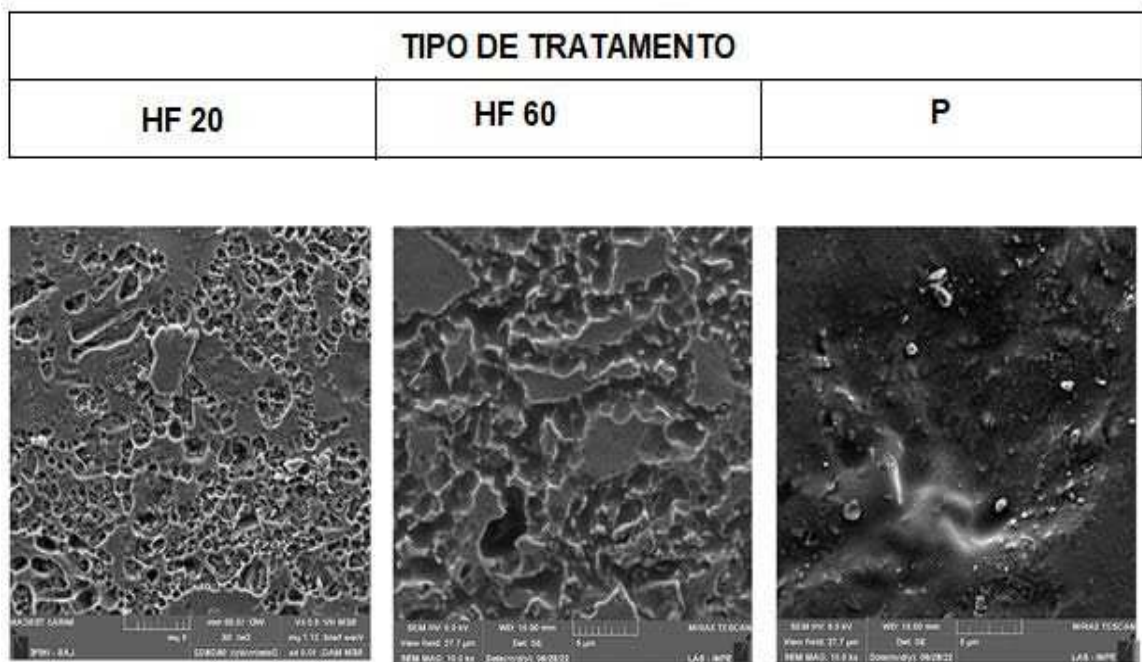
A perfilometria revelou que o tratamento de superfície proporcionou diferenças estatisticamente significantes de valores médios de rugosidade ($p < 0.01$). Verificou-se que o condicionamento com HF por 60s produziu significativa maior rugosidade de superfície que o de 20s, que por sua vez também foi superior ao primer, ou seja, o grupo P obteve significativa menor rugosidade (Tabela 1)

TIPO DE TRATAMENTO		
HF 20	HF 60	P
		

Quadro 1 – Perfilometria 3D em cada grupo amostral com tratamentos de superfícies diferentes. Observa-se que o HF60 apresentou maior rugosidade, seguido do HF20 e do P.

3.2 Microscopia eletrônica de varredura

As microscopias obtidas após o condicionamento com ácido fluorídrico evidenciaram o aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e exposição dos demais conteúdos que compõem os materiais, como os cristais de leucita. Apesar dessa dissolução já ser observada no grupo HF20, ela se torna ainda mais evidente quando a superfície é condicionada com ácido hidrófluorídrico por 60s. Já para o grupo no qual foi aplicado o primer cerâmico autocondicionante, observam-se imagens diferentes uma vez que há uma maior homogeneidade de superfície devido a uma menor dissolução da matriz vítrea (Quadro 2).



Quadro 2 – Microscopia eletrônica de varredura (500x, 2.000x, 10.000)

3.3 Espectrometria por energia dispersiva

Os elementos e volume em peso (%) que compõem as amostras estão descritos na tabela 3.

	O	AL	C	NA	Si
E.C	42.4	9.8	13.0	3.5	31.3
E. HF20	42.2	8.5	16.0	4.5	28.8
E. HF60	42.4	9.7	9.4	4.6	33.9
E. P	41.8	8.5	17.0	4.2	28.5

Tabela 3 – Espectrometria por energia dispersiva

O percentual de sílica mostrou-se elevado para a cerâmica reforçada por leucita. O menor percentual de sílica foi encontrado no grupo com ácido hidrofúorídrico por 20s e posterior aplicação de silano. É possível observar que os tratamentos de superfície praticamente não alteram a quantidade de oxigênio. Já o alumínio, carbono e sílica HF20 e P modificaram significativamente. Quanto ao sódio, os grupos HF apresentaram mais alterações que o grupo P.

3.4 Dureza

Esses resultados fornecem informações sobre as medidas de dureza Knoop obtidas utilizando o durômetro com uma carga de 300 gramas aplicada pelo indentador. 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. Os resultados sugerem que a dureza Knoop varia significativamente entre as áreas da amostra testadas (Tabela 2). O coeficiente de variação indica a variabilidade relativa das medições em relação à média, e valores baixos indicam uma menor dispersão dos dados em torno da média. O grupo tratado com ácido hidrofúorídrico por 60 segundos apresentou maior valor de dureza que o grupo condicionado por 20 segundos, entretanto o grupo condicionado com primer cerâmico obteve maior valor de dureza que os grupos HF.

3.5 Molhabilidade

A análise de ANOVA mostra que existem diferenças significativas entre as médias dos grupos, indicando que o tratamento de superfície da cerâmica influencia o ângulo de contato da gota de água. 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. Esses resultados sugerem que o tratamento de superfície aplicado à cerâmica tem um impacto estatisticamente significativo no ângulo de contato da gota de água (Tabela 2). Quando um tratamento de superfície é aplicado com o objetivo de melhorar a molhabilidade, espera-se que o ângulo de contato diminua em comparação com a superfície não tratada. 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 HF60.

4 DISCUSSÃO

A verificação do desempenho mecânico dos materiais odontológicos é fundamental para determinar sua aplicação na prática clínica. No caso das cerâmicas dentárias, as propriedades mecânicas, particularmente a resistência à flexão (BELLI et al., 2014), desempenham um papel crucial. A resistência à flexão é um indicador da fragilidade do material, determinada pela tensão aplicada e pela força necessária para que ocorra a ruptura do material (LIMA et al., 2021). Portanto, o objetivo deste estudo é avaliar se diferentes tratamentos de superfície em materiais cerâmicos têm um efeito significativo sobre a resistência à flexão biaxial e a rugosidade superficial. O tratamento de superfície selecionado pode influenciar a eficácia e a longevidade dos procedimentos. Além disso, foram realizadas análises qualitativas da superfície dos corpos de prova, levando em consideração os tratamentos de superfície aplicados.

Ao examinar os resultados deste estudo, foi observado que a primeira hipótese nula foi rejeitada no caso da cerâmica feldspática fortalecida com leucita. Isso se deve ao fato de que um período mais longo de condicionamento resultou em uma diminuição na resistência do conjunto. Consequentemente, pode-se concordar parcialmente com as descobertas de Naves et al. (2010), que descobriram que diferentes períodos de condicionamento (de 10 a 120 segundos) afetaram de forma variada as superfícies de cerâmica vítrea. Nestas circunstâncias, períodos mais longos podem levar a defeitos não preenchidos pelo cimento, tornando as áreas

frágeis para aderência e causando danos à estrutura cerâmica (Stawarczyk et al., 2014). Portanto, é de se esperar que a superfície cerâmica sofra mudanças mais pronunciadas após longos períodos de condicionamento ácido (BARCHETTA et al., 2019; SCHERER et al., 2018).

Por outro lado, há estudo que indica que, independentemente do tipo de material cerâmico, é essencial um tempo mínimo de 15 segundos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico (HF) para alcançar a maior força de união (STRAFACE et al., 2019). No entanto, um tempo superior a 60 segundos geralmente reduz a capacidade de união (NAVES et al., 2010) e diminui a resistência à flexão da cerâmica vítrea (Xiaoping et al., 2014). Por outro lado, Barchetta et al. (2019) descobriram que a resistência à flexão aumentou quando os tempos de condicionamento com HF foram aumentados para 40 e 60 segundos. No entanto, esses autores afirmam que a presença de uma camada de cimento sob a cerâmica teve um efeito positivo em condicionamentos de apenas 20 segundos, visto que quando um cimento resinoso foi usado como agente cimentante, o aumento do tempo de condicionamento promoveu um aumento na resistência à flexão da cerâmica.

O estudo atual revelou a capacidade significativa do primer autocondicionante de alterar a superfície da cerâmica, eliminando parte da matriz vítrea e simultaneamente preenchendo-a com material adesivo (EL-DAMANHOURYA e GAINANTZOPOULOU, 2018; SCHERER et al., 2018), conforme ilustrado pelas imagens de MEV (Quadro 2). No entanto, em outras pesquisas, o primer autocondicionante parece menos agressivo do que o condicionamento com HF (MURILLO-GÓMEZ et al., 2018; SCHERER et al., 2018), que proporcionou melhor resistência à fadiga mecânica, embora o primer autocondicionante tenha mostrado resultados promissores (SCHERER et al., 2018).

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 2, observou-se que a análise de Weibull apresentou resultados distintos daqueles obtidos na resistência à flexão biaxial para o grupo HF60. O tratamento de superfície com ácido hidrofúorídrico por 60 segundos pode ter causado danos mais agressivos, resultando em um valor menor de resistência à flexão em comparação com o grupo HF20, porém com maior uniformidade, gerando um módulo de Weibull maior e, conseqüentemente, aumentando a confiabilidade do material.

A segunda hipótese nula, que afirmava que a rugosidade da superfície não seria afetada pelos três tipos de tratamento de superfície, foi rejeitada devido às diferenças estatisticamente significativas na rugosidade observadas para cada tratamento (conforme a Tabela 1). O uso do primer autocondicionante resultou em superfícies menos rugosas na cerâmica de leucita (grupo "P"), com imagens mais homogêneas. No entanto, é importante destacar que a aplicação de silano torna a superfície mais homogênea, mesmo após a aplicação de HF (DAG, A et al. 2015). Além disso, a aplicação de cimento sobre o silano pode melhorar a infiltração nas irregularidades da superfície condicionada, independentemente do tempo de condicionamento (NAVES et al., 2010).

Segundo um estudo conduzido por Dönmez et al. (2018), a rugosidade de superfície dos grupos tratados com primer autocondicionante foi menor do que nos grupos que receberam tratamento com HF. Essa descoberta enfatiza a importância do uso desse primer como uma alternativa viável para obter valores de resistência de união adequados (SÜSIN et al., 2015). Essa alternativa pode ser especialmente útil em situações clínicas que demandem rapidez, facilidade e segurança no condicionamento cerâmico uma vez que o primer tem uma toxicidade menor e uma técnica mais simples (Murillo-Gómez e De Góes, 2019; Scherer et al., 2018).

Um dos objetivos do presente estudo foi analisar microestruturalmente o material cerâmico. Os resultados obtidos mostraram que o percentual de sílica é elevado e, portanto, a terceira hipótese nula deve ser rejeitada. Esses achados são consistentes com estudos anteriores realizados (Lima et al., 2021; Pinto et al., 2022), que também relataram características semelhantes. É importante notar que o tempo de condicionamento de 20s é recomendado pelo fabricante para o condicionamento de superfície deste material cerâmico (Lima et al., 2021).

A rugosidade e porosidade da superfície condicionada foram mais afetadas pelo tratamento com ácido hidrofúorídrico, enquanto o primer autocondicionante resultou em uma superfície menos rugosa e com um padrão de condicionamento menos evidente. Esses resultados contrariam a quarta hipótese nula. Outros estudos também relataram resultados semelhantes em relação à superfície da cerâmica de dissilicato de lítio após o tratamento com HF e MEP, como Siqueira et al. (2016) e El-Damhoury e Gaitantzopoulou (2018).

A dureza é uma propriedade essencial na avaliação de materiais cerâmicos, desempenhando um papel crucial em aplicações odontológicas. Neste estudo, foram

investigados os efeitos de diferentes tratamentos de superfície na dureza Knoop da cerâmica reforçada por leucita. Os resultados revelaram que os tratamentos de superfície desempenharam um papel significativo na melhoria da dureza das cerâmicas. O grupo tratado com ácido hidrofúorídrico por 60 segundos apresentou maior valor de dureza que o grupo condicionado por 20 segundos, entretanto o grupo condicionado com primer cerâmico obteve maior valor de dureza que os grupos HF.

Uma maior dureza na superfície da cerâmica indica uma maior resistência ao desgaste e à deformação (TIAN et al., 2014). Isso é especialmente importante em materiais dentários, onde a superfície da cerâmica está sujeita a forças de mastigação, abrasão e contato com outros materiais. Ao aplicar um tratamento de superfície, o objetivo é melhorar a qualidade e a resistência dessa superfície (Alharbi et al., 2010). Um aumento na dureza indica que o tratamento teve um efeito positivo na resistência e na durabilidade da cerâmica e refuta a quinta hipótese nula de que o tratamento de superfície não afetaria a dureza do material.

A análise do ângulo de contato é uma técnica valiosa para avaliar a molhabilidade de uma superfície, e sua aplicação em cerâmicas vítreas tem sido amplamente explorada. Neste estudo, investigamos os efeitos de diferentes tratamentos de superfície na molhabilidade de uma cerâmica vítrea através do teste de ângulo de contato. Os resultados obtidos revelaram que os tratamentos de superfície desempenharam um papel significativo na modificação da molhabilidade das cerâmicas. O menor valor obtido foi a partir do tratamento com HF60, seguido do grupo condicionado com primer cerâmico. Por outro lado, o grupo HF20 resultou em um aumento no ângulo de contato, indicando uma diminuição na molhabilidade.

Quando um líquido se espalha e adere bem à superfície da cerâmica, isso pode indicar uma maior capacidade de umidade e um melhor potencial de adesão de materiais, como adesivos ou cimentos dentários (Daou et al., 2020). Um menor ângulo de contato 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 (Chen et al., 2012). Os resultados obtidos demonstram que o ângulo de contato e a molhabilidade podem ser influenciados pelo tratamento de superfície, negando a sexta e última hipótese nula.

Neste estudo, verificou-se diversos aspectos que poderiam interferir na longevidade clínica da cerâmica odontológica, em diferentes tipos de tratamento de superfície. Esses resultados destacam a importância dos tratamentos de superfície na

otimização das propriedades mecânicas das cerâmicas vítreas, fornecendo uma base sólida para o desenvolvimento de materiais odontológicos de alto desempenho. No entanto, o uso de amostras cerâmicas simplificadas sem a geometria complexa 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. É necessário realizar mais pesquisas para avaliar o efeito de diferentes protocolos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico e primer autocondicionante na resistência mecânica desses materiais. Além disso, ensaios clínicos que analisem o comportamento desses materiais a longo prazo são fundamentais para determinar o tratamento de superfície ideal para cada material cerâmico analisado.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

É possível concluir com base nos efeitos de diferentes tratamentos de superfície em materiais cerâmicos odontológicos que a resistência à flexão, rugosidade superficial, microestrutura, dureza e molhabilidade foram avaliadas como parâmetros relevantes. Os resultados indicaram que o tempo de condicionamento com ácido hidrófluorídrico afetou a resistência à flexão, com períodos mais longos levando a uma diminuição na resistência. O primer autocondicionante mostrou resultados promissores, resultando em uma superfície menos rugosa. A dureza da cerâmica foi afetada pelos tratamentos de superfície, com o grupo condicionado com HF por 60 segundos apresentando maior dureza. O ângulo de contato foi modificado pelos tratamentos, influenciando a molhabilidade da cerâmica. Esses resultados destacam a importância dos tratamentos de superfície na otimização das propriedades mecânicas das cerâmicas odontológicas. No entanto, são necessárias mais pesquisas para avaliar o efeito desses tratamentos a longo prazo e em situações clínicas mais complexas.

REFERÊNCIAS

ABERNETHY, R. B. *Reliability Analysis: Weibull Statistics and Life Data Analysis*. Boca Raton: CRC Press, 2008.

ALHARBI, N. et al. Effect of surface treatment on the mechanical properties and bond strength of zirconia ceramics. *Dent Mater.*, v. 26, n. 4, p. e183-e188, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.12.001>. Acesso em: 04 jul. 2023.

AWADA, A.; NATHANSON, D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent.*, v. 114, n. 4, p. 587-593, 2015.

BRAGA, R. R. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.*, v. 26, n. 2, p. e38-e49, 2010.

Chen, L. et al. Bond strengths of methacrylate- and silane-based resin cements to zirconia ceramics. *J Prosthet Dent.* 2012;107(4):251-258. DOI: 10.1016/S0022-3913(12)60046-7.

CHEN, Y. et al. Influence of surface treatment on the biaxial flexural strength and Weibull distribution characteristics of different CAD/CAM ceramics. *J Prosthet Dent*, v. 62, n. 4, p. 406-413, 2018.

DAG, A. et al. Effect of silane application on shear bond strength of different resin cements to ceramics. *The Journal of Adhesive Dentistry*, v. 17, n. 5, p. 473-480, 2015.

DAOUD, E. E. et al. Surface modification of zirconia-based ceramics: From micro-scale roughness to bactericidal effects. *Dent Mater.*, v. 36, n. 9, p. 1162-1174, 2020. doi:10.1016/j.dental.2020.06.003.

DAPIEVE, K. S. et al. One-step ceramic primer as surface conditioner: Effect on the load-bearing capacity under fatigue of bonded lithium-disilicate glass-ceramic ceramic simplified restorations. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, v. 104, n. 10, p. 36-86, 2020.

DE SOUZA CARVALHO, C. et al. Repair Techniques in CAD/CAM System Ceramics: a Literature Review. *Journal of Health Sciences*, v. 24, n. 1, p. 12-16, 2022.

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

EL ZHAWI, H. et al. Polymer infiltrated ceramic network structures for resistance to fatigue fracture and wear. *Dent Mater*, v. 32, n. 11, p. 1352-1361, 2016.

- FARIAS, I. A.; VASCONCELOS, R. G.; VASCONCELOS, M. G. Cerâmicas Ácido-Resistentes: Desenvolvimento e Composição. *Archives of health investigation*, v. 11, n. 2, p. 255-259, 2022.
- FASBINDER, D. J. Materiais para restaurações CAD/CAM em consultório. *Compend Contin Educ Dent*, v. 31, n. 9, p. 702-704, 2010.
- KELLY, J. R. et al. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 104, n. 4, 2010.
- LAWSON, N. C.; BURGESS, J. O. Gloss and Stain Resistance of Ceramic-Polymer CAD/CAM Restorative Blocks. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 2016.
- LIMA, C. M. 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. *Dental Materials*, v. 37, n. 3, p. e151-e161, 2021.
- MURILLO-GÓMEZ, F. et al. Efeito do ataque ácido na microestrutura tridimensional de materiais CAD/CAM graváveis. *Dental Materials*, v. 34, n. 6, p. 944-955, 2018.
- NAVES, L. Z. et al. Morfologia de superfície/interface e resistência de união a vitrocerâmica condicionada por diferentes períodos. *Odontologia Operatória*, v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.
- OPDAM, N. et al. From “direct versus indirect” toward an integrated restorative concept in the posterior dentition. *Oper Dent*, v. 41, n. S7, p. S27-S34, 2016.
- ORGANIZAÇÃO INTERNACIONAL DE NORMALIZAÇÃO. Cerâmica dental: emenda. ISO 6872. Genebra: ISO, 2008.
- RAMOS, N. C. et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. *Dent Mater*, v. 32, n. 7, p. 870, 2016.
- SCHERER, M. M. et al. Carga de falha por fadiga de uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio cimentada adesivamente: condicionamento de cerâmica convencional vs primer de uma etapa etch & prime. *Dental Materials*, v. 34, n. 8, p. 1134-1143, 2018.
- STAWARCZYK, B. et al. Comparison of mechanical properties of conventionally and CAD/CAM manufactured PMMA-based polymers. *Clinical Oral Investigations*, v. 18, n. 3, p. 655-662, 2014.
- STRAFACE, A. et al. Condicionamento HF de materiais CAD/CAM: influência da concentração de HF e do tempo de condicionamento na resistência de união ao cisalhamento. *Medicina de Cabeça e Rosto*, v. 15, n. 1, p. 1-10, 2019.
- SÜSIN, A. H. et al. Effects of hydrofluoric acid concentration and etching time on bond strength between resin cement and ceramics. *The Journal of Adhesive Dentistry*, v. 17, n. 3, p. 259-265, 2015.

Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, et al. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cement and zirconia ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014;39:311-318. doi:10.1016/j.jmbbm.2014.07.016