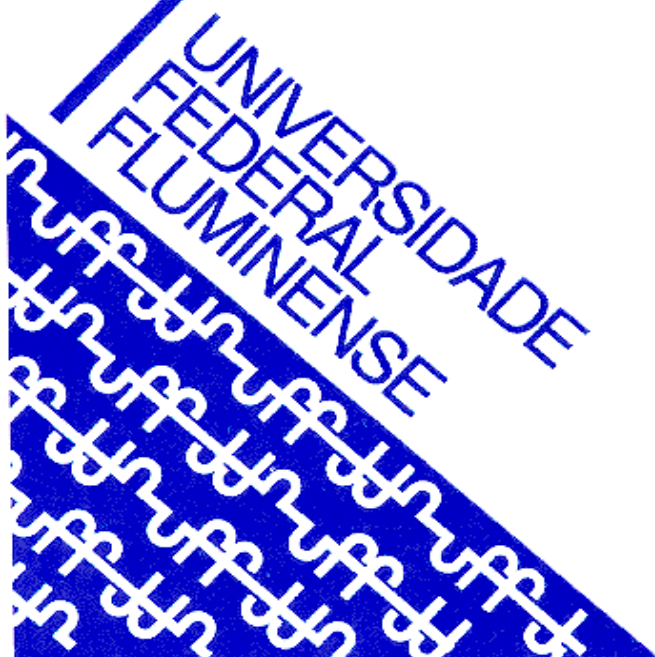


**UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE**  
**PÓLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**GESINETE G. PINTO KLIPPEL**

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO  
TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE  
DA VITROCERÂMICA À BASE DE  
DISSILICATO DE LÍTIO COM PRIMER  
CERÂMICO AUTOCONDICIONANTE  
E COM ÁCIDO FLUORÍDRICO**



**Volta Redonda, RJ**

**2020**

GESINETE GONÇALVES PINTO KLIPPEL

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE  
DA VITROCERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO COM PRIMER  
CERÂMICO AUTOCONDICIONANTE E COM ÁCIDO FLUORÍDRICO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica.

Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais

Orientador

Prof. Dr. Claudinei dos Santos

Volta Redonda, RJ

2020

GESINETE GONÇALVES PINTO KLIPPEL

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE  
DA VITROCERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO COM PRIMER  
CERÂMICO AUTOCONDICIONANTE E COM ÁCIDO FLUORÍDRICO**

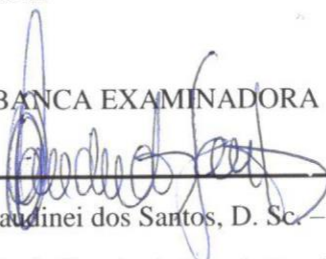
Universidade Federal Fluminense,  
como requisito parcial para obtenção do  
Título de Mestre em Engenharia  
Metalúrgica.

Área de concentração: Processamento e  
Caracterização de Materiais

Aprovada em 30 de junho de 2020.

BANCA EXAMINADORA

---

  
Prof. Dr. Claudinei dos Santos, D. Sc. – Orientador  
Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ

*Carlos Elias*

---

Prof. Dr. Carlos Nelson Elias, D. Sc.  
Instituto Militar de Engenharia - IME

---

  
Prof. Roberto de Oliveira Magnago, D. Sc.  
Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA

Volta Redonda

2020

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho à minha família, minha fonte motivadora. Aos meus pais, José Carlos e Terezinha (*in memoriam*), meus exemplos e pilares para a minha formação. Aos meus sogros, Mauro e Enedina, minha eterna gratidão. Às minhas filhas, Luiza e Maiza, razões da minha vida e meu maior orgulho. E ao meu parceiro de todos os momentos, meu marido Mauro Lucio, cuja presença e incentivo foram determinantes para que chegasse até aqui. Amo vocês!

## AGRADECIMENTOS

Muitas vezes desconhecemos os propósitos que nos levam a buscar novos caminhos e desafios. As circunstâncias nos exigem que busquemos o aprimoramento e a descobertas. E nesse contexto, deixamos para trás o velho e abrimos as portas para o novo. Depois de anos dedicados minha vida profissional ao atendimento clínico a pacientes no consultório odontológico, me vejo na área acadêmica. Agradeço a Deus, Ser Supremo, que através dessas oportunidades nos permite evoluir e nos presenteia com muitos amigos ao longo da jornada. Amigos esses, que se tornaram verdadeiros anjos.

Ao meu orientador, professor Claudinei dos Santos, pela simplicidade e paciência em transmitir seu conhecimento, pela dedicação e gentileza no trato com seus alunos e pela maestria com que orientou este trabalho. Esses ensinamentos são exemplos a serem seguidos.

Aos professores e amigos, Claudio Melo Silva e Tereza Melo Silva, pelo carinho e amizade, pelo incentivo e apoio em todos os momentos do Mestrado. Pela colaboração e sugestões durante as etapas dessa dissertação. Muito obrigada por fazerem parte desta conquista.

Ao professor Carlos Nelson Elias, pela imensa contribuição neste trabalho, pela atenção, disponibilidade e por me proporcionar a oportunidade de aprendizado.

Ao professor Roberto Magnago, pelas orientações e sugestões iniciais que muito contribuiu para a finalização deste estudo.

À professora e amiga, Adriana Marques, que foi a primeira a me incentivar a procurar maior aperfeiçoamento através do mestrado com palavras de encorajamento que foram determinantes na minha decisão.

Aos amigos e eternos professores, Rosy Nardy e Leonardo Barroso, por acreditarem em mim e me motivarem a seguir a área acadêmica, pelos ensinamentos e estímulo constante ao longo da minha vida depois de formada.

À professora, Giseli Cristina Ribeiro, pela mensagem de carinho e força quando achei que não fosse capaz de continuar, me trouxeram confiança para seguir. Sua alegria ao me ver superando as dificuldades tornaram-se combustíveis para mim.

Às amigas, Joyce, Aline, Ana Paula, Raphaela, Laís e Ingrid, pessoas incríveis que conheci ao longo desses anos nos quais podemos trocar experiências e compartilhar conhecimento. Agradeço pelo convívio, pela ajuda e pela amizade. Minha eterna gratidão.

“ É exatamente disso que a vida é feita, de momentos. Momentos que temos que passar, sendo bons ou ruins, para nosso próprio aprendizado. Nunca esquecendo do mais importante: nada nessa vida é por acaso, absolutamente nada! Por isso temos que nos preocupar em fazer a nossa parte da melhor forma possível. A vida nem sempre segue a nossa vontade, mas ela é perfeita naquilo que tem que ser.”

Chico Xavier

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do pré-tratamento superficial de vitrocerâmicas dentárias à base de dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) usando um primer autocondicionante na resistência ao cisalhamento (SBS) e na topografia de superfície em comparação ao pré-tratamento padrão com ácido fluorídrico. Amostras comerciais de dissilicato de lítio utilizadas em fresagem CAD/CAM foram distribuídas em 3 grupos: 1 – sem tratamento (C); 2 – tratamento de superfície com ácido fluorídrico (HF) 10% por 20s seguido da aplicação de um agente silano (S) e um adesivo (A) (HF + S + A); 3 – tratamento de superfície com primer cerâmico autocondicionante (MBEP). Amostras comerciais de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) contendo 54,5 % de fase amorfa, foram submetidas a tratamento térmico de cristalização a  $840^\circ\text{C}$ -7min, e caracterizadas quanto a sua microestrutura utilizando MEV, identificação e quantificação de fases por difração de raios-X e rugosidade utilizando perfilometria 3D. Para a análise de resistência de união por cisalhamento, foram polimerizados pinos de cimento resinoso divididos igualmente entre os grupos (n=12). Os resultados foram submetidos a análise estatística. Após o tratamento térmico, as amostras continham  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  como única fase cristalina presente e 21,4 % de fase amorfa residual. Grãos alongados com alta razão de aspecto foram observados nesse material. Os resultados da morfologia superficial do dissilicato de lítio após diferentes ataques químicos indicam que o G2 e G3 produziram alterações superficiais em relação ao G1. O G2 com alterações estruturais mais severas que o G3. Os grupos G1, G2 e G3 apresentaram resistência ao cisalhamento de,  $5,3 \pm 0,9$  MPa,  $24,25 \pm 1,2$  MPa e  $24,8 \pm 1,8$  MPa, respectivamente. A análise estatísticas ANOVA e teste de Turkey mostraram que não há diferença significativa entre os grupos G2 e G3 e ambos apresentam diferenças estatísticas em relação ao G1. Os módulos de Weibull do grupo G2 ( $m_{G2} = 19$ ) e G3 ( $m_{G3} = 13$ ) foram superiores ao grupo controle G1 ( $m_{G1} = 6$ ). O tratamento convencional com ácido fluorídrico e com primer cerâmico autocondicionante apresentaram resultados semelhantes de resistência de união, portanto, possuem o mesmo efeito na adesividade nas próteses de dissilicato de lítio.

**Palavras chave:** Dissilicato de lítio,  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ , resistência ao cisalhamento, ácido fluorídrico, primer cerâmico autocondicionante, caracterizações.



## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of the surface pretreatment of lithium disilicate ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) based glass ceramic using a self-etching primer on shear strength (SBS) and surface topography compared to standard acid pretreatment hydrofluoric. Commercial samples of lithium disilicate used in CAD / CAM milling were distributed in 3 groups: 1 - without treatment (C); 2 - surface treatment with 10% hydrofluoric acid (HF) for 20s followed by the application of a silane agent (S) and an adhesive (A) (HF + S + A); 3 - surface treatment with self-etching ceramic primer (MBEP). Commercial samples of lithium metasilicate ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) containing 54,5 % of amorphous phase, were subjected to thermal crystallization treatment at  $840^\circ\text{C}$ -7min, and characterized for their microstructure using SEM, identification and quantification of phases by ray diffraction -X and roughness using 3D profiling. For the analysis of shear bond strength, resin cement pins were polymerized and divided equally between groups ( $n = 12$ ). The results were subjected to statistical analysis. After heat treatment, the samples contained  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  as the only crystalline phase present and 21,4 % residual amorphous phase. Elongated grains with a high aspect ratio were observed in this material. The results of the superficial morphology of lithium disilicate after different chemical attacks indicate that G2 and G3 produced superficial changes in relation to G1. G2 with structural changes more severe than G3. Groups G1, G2 and G3 showed shear strength of  $5.3 \pm 0.9$  MPa,  $24.25 \pm 1.2$  MPa and  $24.8 \pm 1.8$  MPa, respectively. The ANOVA statistical analysis and the Turkey test showed that there is no significant difference between groups G2 and G3 and both show statistical differences in relation to G1. Weibull modules in the G2 ( $m_{G2} = 19$ ) and G3 ( $m_{G3} = 13$ ) groups were superior to the G1 control group ( $m_{G1} = 6$ ). Conventional treatment with hydrofluoric acid and self-etching ceramic primer showed similar results of bond strength, therefore, they have the same effect on adhesion in lithium disilicate prostheses.

Keywords: Lithium disilicate,  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ , shear strength, hydrofluoric acid, self-etching ceramic primer, characterizations.

## SUMÁRIO

Lista de Figuras	11
Lista de Tabelas	12
Lista de abreviaturas	13
Lista de símbolos	15
1 Introdução	16
2 Proposição	20
2.1 Objetivo geral	20
2.2 Objetivos específicos	20
3 Fundamentação teórica	21
3.1 Características e propriedades das cerâmicas odontológicas	21
3.2 Fabricação de próteses cerâmicas em sistema de fresagem CAD/CAM	25
3.3 Vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio	31
3.4 Tratamento de superfície das cerâmicas para adesão	33
3.5 Primer cerâmico autocondicionante	40
3.6 Ensaio de cisalhamento	52
4 Materiais e Métodos	54
4.1 Materiais	54
4.2 Métodos	55
4.2.1 Fluxograma da metodologia	55
4.2.2 Preparação de amostras e divisão de grupos	55
4.2.3 Preparo da Interface de União	58
4.2.4 Ensaio de Cisalhamento	59

4.2.5 Rugosidade Superficial	61
4.2.6 Caracterizações	62
4.2.7 Análise estatística	63
5 Resultados e Discussão	65
5.1 Caracterizações dos substratos de dissilicato de lítio	65
5.2 Resistência ao cisalhamento e análises estatísticas	72
6 Conclusões	79
7. Sugestões para trabalhos futuros	80
8. Referências bibliográficas	81

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Infraestrutura metálica de uma coroa metalocerâmica.	26
Figura 2 - Sequência da confecção de uma prótese dentária com sistema metal-free: (a-b) caso inicial e elemento dental preparado; (c) infraestrutura estética; (d) infraestrutura e recobrimento estético; (e) caso finalizado.	26
Figura 3 - Sistemas totalmente cerâmicos.	27
Figura 4 - 1. Aquisição de imagens através do scanner intraoral ou scanner extraoral; 2. Planejamento através do software ou programas de computador; 3. Processo de manufatura auxiliada ou CAM por meio de uma fresadora ou da impressão digital 3D; 4. Bloco cerâmico usinado; 5. Peça protética finalizada para cimentação	29
Figura 5- Amostras de dissilicato de lítio embutidas em resina acrílica para ensaio de cisalhamento.	57
Figura 6 - Representação esquemática dos diferentes tipos de preparo das amostras de dissilicato de lítio para o ensaio de cisalhamento.	58
Figura 7 - Desenho esquemático da base de grupo de amostras de vitrocerâmicos de dissilicato de lítio com os pinos de cimento resinoso	58
Figura 8 - Desenho esquemático do conjunto bloco dissilicato de lítio, cimento resinoso e resina composta.	59
Figura 9 – Ensaio de cisalhamento: (a) Máquina universal para ensaios mecânicos EMIC DL10000; (b) Ensaio de cisalhamento em andamento de amostras de dissilicato de lítio ligados ao dispositivo de tração por um fio ortodôntico.	60
Figura 10 - Demonstração do fio NiCr posicionado para o ensaio de cisalhamento.	60
Figura 11 - Desenho esquemático do ensaio de cisalhamento com fio de NiCr.	61
Figura 12 - Equipamento Zygo New View 7100 utilizado para ensaio de rugosidade superficial	62
Figura 13 - Padrão observado x ICDD: a) célula unitária de $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ e gráfico de refinamento de Rietveld; b) Padrão observado x ICDD, célula unitária $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ e gráfico de refinamento de Rietveld.	64
Figura 14 - Análise quantitativa de fase da vitrocerâmica de silicato de lítio, conforme recebida e tratada termicamente (HT) à $840^\circ\text{C}$ - 7 min.	65
Figura 15 - Morfologias das amostras de dissilicato de lítio: (a) antes do tratamento térmico; (b) após o tratamento térmico a $840^\circ\text{C}$ - 7min.	65
Figura 16 - Perfil de rugosidade 3D das amostras de dissilicato de lítio/: Esquerda, grupo controle - nenhum tratamento (G1), meio, condicionamento por ácido fluorídrico (G2) e direita - pré-tratamento com Monobond Etch and Prime (G3).	67

Figura 17 - Morfologia da superfície do dissilicato de lítio: a) sem tratamento de superfície (G1); b) após condicionamento com ácido fluorídrico (G2); c), após condicionamento com primer cerâmico autocondicionante (G3). 68

Figura 18 - Diagrama de Weibull e probabilidade de falhas em diferentes grupos de condicionamento. 72

Figura 19 - Micrografia da seção transversal da interface de união (dissilicato de lítio). RC: resina composta; CR: cimento resinoso; DL: dissilicato de lítio. As figuras mostram incompleta penetração do cimento resinoso na superfície do dissilicato de lítio quando não houve condicionamento com ácido fluorídrico, grupo 1 (seta amarela). 75

Figura 20 - Micrografia da seção transversal da interface de união (dissilicato de lítio). RC: resina composta; CR: cimento resinoso; DL: dissilicato de lítio. As figuras mostram completa penetração do cimento resinoso na superfície do dissilicato de lítio nas irregularidades criadas pelo ácido fluorídrico, grupo 2 (seta amarela). Observa-se o embricamento mecânico do cimento resinoso com a superfície da vitrocerâmica de dissilicato de lítio 76

Figura 21 - Micrografia da seção transversal da interface de união (dissilicato de lítio). RC: resina composta; CR: cimento resinoso; DL: dissilicato de lítio. As figuras mostram completa penetração do cimento resinoso na superfície do dissilicato de lítio nas irregularidades criadas pelo primer cerâmico autocondicionante, grupo 3 (seta amarela). Observa-se o embricamento mecânico do cimento resinoso com a superfície da vitrocerâmica de dissilicato de lítio 77

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características das cerâmicas feldspáticas e reforçadas.	22
Tabela 2 - Características das cerâmicas infiltradas e policristalinas (alumina e óxido de zircônia).	23
Tabela 3 - Levantamento bibliográfico baseado em estudos de adesão em sistemas vitrocerâmicos.	44
Tabela 4 - Síntese de literatura atual sobre ensaios mecânicos de resistência à tração ou ao cisalhamento de sistemas vitrocerâmicos.	50
Tabela 5 - Especificações técnicas e características principais dos materiais utilizados nesse trabalho (dados dos fabricantes).	54
Tabela 6 - Grupos experimentais, segundo tratamento de superfície da cerâmica IPS e-max CAD CAM.	56
Tabela 7 - Parâmetros da rugosidade da superfície ( $R_a$ ), valor máximo do pico (PV) e valor mínimo do vale (Rz) das amostras de dissilicato de lítio para grupo controle - nenhum tratamento (G1), condicionamento por ácido fluorídrico (G2) e pré-tratamento com Monobond Etch and Prime (G3).	66
Tabela 8 - Resultados de resistência ao cisalhamento dos grupos estudados	71
Tabela 9 - Análise estatística dos resultados de resistência ao cisalhamento dos diferentes grupos de condicionamento, utilizando ANOVA e teste de Turkey.	71

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\text{Al}_2\text{O}_3$	alumina
Bis-GMA	biefenol-A glicidil metacrilato
CAD	desenho auxiliado por computador
CAM	fabricação auxiliado por computador
EM	E.max
ER	etch and rinse
Fenil-P	2-metacriloxietil fenil hidrogeno fosfato
GPa	gigapascal
HF	ácido fluorídrico
$\text{Li}_2\text{O}$	óxido de lítio
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_3$	metassilicato de lítio
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$	dissilicato de lítio
$\text{K}_2\text{O}$	óxido de potássio
MBEP	Monobond etch & primer
MPa	megapascal
Peak	valor máximo do pico
$\text{P}_2\text{O}_5$	pentóxido de difósforo
SE	self etch
SiC	carbeto de silício
TEGDMA	trietileno glicol dimetacrilato
Ra	rugosidade
Rz	valor máximo do vale
UDMA	uretano dimetacrilato

SiO <sub>2</sub>	dióxido de silício
Y-TZP	zircônia estabilizada com ítria
ZnO	óxido de zinco
ZrO <sub>2</sub>	dióxido de zircônio
ZrO <sub>3</sub> – Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	zircônia
10-MDP	10-Metacriloxididihidrogeno fosfato),
4-MET	4-Metacriloxietil trimelítico



## LISTA DE SÍMBOLOS

mm	milímetros
s	segundos
%	porcentagem
O	oxigênio
Al	alumínio
Li	lítio
Ca	cálcio
B	boro
Ce	cério
Si	silício
Mg	magnésio
Ti	titânio
P	fósforo
K	potássio
Kgf	quilograma-força
Na	sódio
Zr	zircônio
>	maior que
°C	graus Celsius
°C/min	graus Celsius/minutos
µm	micrômetro

## 1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, o desenvolvimento dos materiais odontológicos permitiu avanços na sua aplicabilidade em decorrência do efeito estético, durabilidade e biocompatibilidade. Para acompanhar a exigência de pacientes e profissionais a esses fatores, muitos sistemas totalmente cerâmicos têm sido aperfeiçoados para próteses dentárias. Os sistemas cerâmicos monolíticos mostram-se como uma alternativa restauradora e proporcionam a estratificação de cores de forma harmoniosa e natural com os elementos dentais adjacentes diferente das coroas metalocerâmicas, cuja qualidade estética é limitada.

Com a evolução das novas vitrocerâmicas que apresentam desempenho mecânico associado a estética e o aprimoramento da prototipagem rápida na Odontologia, principalmente por meio dos sistemas de fresagem CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Aided Machine), atualmente, é possível fabricar sistemas cerâmicos livres de metal como uma opção segura e com alto potencial estético para a restauração de diferentes características dos elementos dentários (CONRAD et al., 2007; KELLY & BENETTI, 2011; LI et al., 2014; ZARONE et al., 2016; WILLARD et al., 2018). Os sistemas CAD/CAM apresentam vantagens que superam o seu uso sobre as próteses confeccionadas convencionalmente, tais como a capacidade de realizar a restauração num período curto de tempo de forma padronizada e automática, qualidade uniforme do material, melhores propriedades físico-mecânicas, dentre outras (GIORDANO, 2006). Vários insumos CAD/CAM estão disponíveis na odontologia para restaurações estéticas, incluindo zircônia estabilizada com ítria (LUTHARDT et al., 2002; GUESS et al., 2010; RAUT et al., 2011), vitrocerâmicas feldspáticas (KELLY, 2004; GUERRA et al., 2007; DENRY, 2010; STEVENSON & IBBETSON, 2010), vitrocerâmicas de dissilicato de lítio (RAIGRODSKI & CHICHE, 2001; TASKONAK & SERTGÖZ, 2006; FASBINDER et al., 2010; GUESS et al., 2011; BRUM et al., 2011; SILVA et al., 2012; KERN et al., 2012; LIEN et al., 2015), resinas compostas ou cerâmicas híbrida (HE & SWAIN, 2011; COLDEA et al., 2013; DELLA BONA et al., 2014; ELSAKA, 2014). A diferença na composição química desses materiais leva a variações em suas propriedades químicas e mecânicas que tem reflexos no desempenho de sua ligação com diferentes cimentos que são utilizados para promover a fixação do material restaurador ao remanescente dental (PIWOWARCZYK et al., 2004).

A vitrocerâmica de dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ), devido a suas excelentes propriedades ópticas e resistência mecânica, possibilita uma série de aplicações, como restaurações indiretas adesivas (facetas e lentes de contato, onlays, inlays, coroas parciais e coroas totais unitárias

anteriores e posteriores (DELLA BONA & KELLY, 2008; WILLARD et al., 2018). Segundo a literatura, (GUESS et al., 2010; SILVA et al., 2012) este biomaterial é seguro para ser usado em finas espessuras de até 0,5 mm e permite restaurações confiáveis como as próteses de zircônia com recobrimento em porcelana. Sua apresentação comercial, pode se dar na forma de blocos para usinagem em CAD/CAM, apresentando um estado intermediário de cristalização, o qual necessita de um tratamento térmico posterior e fresagem CAD/CAM, favorecendo o crescimento de cristais de dissilicato de lítio, com impacto direto na redução da fase vítrea residual resultando em aumento de sua máxima resistência a flexão, em torno de 400 MPa (LIEN et al., 2015).

As propriedades mecânicas intrínsecas dos materiais (material restaurador, cimento resinoso, agente de união, estrutura dentária) e a otimização da superfície dos substratos de união são os principais fatores que interagem no processo de estabelecimento de uma duradoura união entre a estrutura do dente e restauração. Para estabelecer uma ligação forte, é fundamental o tratamento adequado do elemento dentário e a superfície interna da restauração cerâmica. Os sistemas de cimentação adesiva exercem um papel primordial no fortalecimento de restaurações indiretas adesivas estéticas. A fragilidade da resistência de união entre as restaurações e cimento resinoso pode promover um desequilíbrio na distribuição de forças e falha coesiva do agente cimentante, levando ao enfraquecimento da restauração não suportada sob as cargas oclusais (TIAN TIAN et al., 2014; FABIÃO et al., 2015; EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU, 2018).

O pré-tratamento superficial de cerâmica, exerce um papel primordial na longevidade e sucesso das restaurações indiretas cerâmicas. Tem como objetivo criar micro-rugosidades na superfície interna da cerâmica e reagir quimicamente ao cimento resinoso com o uso do silano (VALANDRO et al., 2005). O protocolo de pré-tratamento varia de uma cerâmica para a outra, enquanto a vitrocerâmica feldspática e a vitrocerâmica reforçada com leucita requerem 60s de condicionamento de ácido fluorídrico de 5 a 10%, o dissilicato de lítio requer apenas 20s (BLATZ et al., 2003; KALAVACHARLA et al., 2014; EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU, 2018). Em contrapartida, as cerâmicas odontológicas à base de alumina ( $Al_2O_3$ ) e zircônia ( $ZrO_2-Y_2O_3$ ) são comumente tratadas com jateamento de partículas abrasivas na sua superfície para aprimorar a rugosidade superficial antes da cimentação adesiva, visto que esse material não é passível de condicionamento devido à ausência de fase vítrea na sua composição que dificulta a ligação química entre as partes.

Deste modo, as vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio, são sensíveis ao condicionamento ácido, ou seja, alterações topográficas consideráveis são promovidas, a partir da remoção de parte da matriz vítrea quando a superfície da cerâmica é condicionada com ácido fluorídrico, HF. Essa matriz vítrea é parcialmente removida seletivamente, conforme o tempo de condicionamento ácido, em razão da menor estabilidade química comparada aos cristais de  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ . Como consequência, a superfície interna da cerâmica se modifica tornando-se áspera (rugosa), o que é desejado para o seu intertravamento mecânico (BORGES et al., 2003; PROCHNOW et al., 2017). Essa superfície rugosa contribui para aumentar a energia superficial antes da aplicação com o silano. Este agente de união bi-funcional apresenta duas extremidades, uma reage com a porção vítrea da superfície cerâmica e a outra forma ligações siloxano com a matriz orgânica dos cimentos resinosos quando copolimeriza com os grupos metacrilato presentes nesses cimentos, otimizando o processo adesivo (DELLA BONA & ANUSAVICE, 2002; FABIANELLI et al., 2010; MORO et al., 2017). A utilização do silano é essencial na odontologia, acerca da adesão química pois confere resultados prósperos e favoráveis na resistência de união da cerâmica com o cimento resinoso (PROCHNOW et al., set/out 2018; MATINLINNA et al., 2018).

Por outro lado, a utilização do ácido fluorídrico tem como desvantagem provocar alterações superficiais mais severas na interface das restaurações que afetam a resistência à flexão e promovem falha mecânica desencadeando novos defeitos e possíveis fraturas (FABIANELLI et al., 2010). Outra situação relevante refere-se a alta toxicidade do HF, que pode gerar necrose de tecidos moles e ossos em caso de exposição prolongada (OZCAN et al., 2012). Esses dois mecanismos deletérios são dependentes do tempo e da concentração. Desta forma, o ideal é que se tenha um equilíbrio entre concentração e o tempo de ataque ácido que assegure alterações superficiais sem enfraquecer a cerâmica (DELLA BONA & ANUSAVICE, 2002; ZOGHEIB et al., 2011; XIAOPING et al., 2014; PROCHNOW et al., nov.2018).

Recentemente, um novo primer cerâmico autocondicionante comercial, Monobond Etch & Prime (IvoclarVivadent; Schaan, Liechtenstein), foi introduzido como uma alternativa simplificada ao protocolo padrão de condicionamento ácido fluorídrico e aplicação do silano, para o tratamento de superfícies vitrocerâmicas. Esse material, é basicamente composto por um primer cerâmico composto de polifluoreto de amônio, um sistema de silano (MORENO et al., 2019) composto de metacrilato de trimetoxipropil, solventes (álcoois e água) e um pigmento (proporcionando visibilidade com um aspecto de cor verde) em um frasco único, que permite o uso em uma etapa. Dessa forma, essa técnica de adesão exige menor tempo, impedindo o efeito

enfraquecedor da vitrocerâmica através de um ataque moderado, menos agressivo e evita riscos potenciais tóxicos do ácido fluorídrico (IVOCLAR, 2016; WILLE et al., 2017; MURILLO-GÓMEZ et al., 2018; PROCHNOW et al., nov.2018; EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU, 2018; SCHERER et al., 2018). Além dos dados internos do fabricante, existem poucos trabalhos de pesquisa publicados sobre o primer cerâmico autocondicionante e o resultado de seu uso na eficiência da ligação a diferentes tipos de cerâmica. Assim é necessário avaliar a funcionalidade desse novo material em muitos aspectos, por exemplo, resistência de união.

A resistência de união entre o agente cimentante resinoso e uma cerâmica pode ser medida utilizando diversos métodos como ensaio de cisalhamento, micro cisalhamento e micro tração. O teste de resistência de união é um teste mecânico elaborado para mensurar a tensão necessária para romper a ligação entre dois materiais (DeHOFF et al., 1995). O teste de cisalhamento é considerado o teste mais comum e prático dentre a metodologia de avaliação da resistência de união pelo fato de não possuir a etapa de seção do espécime, que pode introduzir microtrinca precoce em substrato frágil como as vitrocerâmicas (GORACCI et al., 2004; PERDIGÃO et al., 2006).

Neste estudo, o teste de cisalhamento com auxílio de fio metálico foi o método escolhido, visto que substratos cerâmicos resistentes, como o dissilicato de lítio, apresentam resistência suficiente para prevenir falhas coesivas e podem ser considerados apropriados para testar a resistência de união.

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do uso de um primer cerâmico autocondicionante, em cerâmicas à base de dissilicato de lítio, na resistência ao cisalhamento, em comparação com a técnica convencional de condicionamento com ácido fluorídrico seguido de aplicação de silano. Diferentes técnicas de caracterização foram utilizadas visando facilitar a compreensão dos fenômenos que regem o processo de cisalhamento ao qual o par dissilicato de lítio/cimento resinoso foram submetidos.

## **2 PROPOSIÇÃO**

### **2.1 OBJETIVO GERAL**

Comparar o efeito do tratamento de superfície convencional com ácido fluorídrico seguido da aplicação de silano e adesivo, com a técnica simplificada através da aplicação do primer cerâmico autocondicionante, em vitrocerâmicas dentárias à base de dissilicato de lítio, utilizadas em restaurações dentárias indiretas.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Analisar qualitativamente a morfologia de superfície da vitrocerâmica dentária à base de dissilicato de lítio, frente ao tratamento de superfície com ácido fluorídrico e o condicionamento com primer cerâmico autocondicionante;
- Avaliar a rugosidade média da vitrocerâmica dentária à base de dissilicato de lítio, após o tratamento de superfície com ácido fluorídrico e o condicionamento com primer cerâmico autocondicionante;
- Avaliar a resistência de união da vitrocerâmica dentária de dissilicato de lítio, após o tratamento de superfície com ácido fluorídrico 10% seguido da aplicação de silano e adesivo e o condicionamento com primer cerâmico autocondicionante;
- Analisar a interface de união após os tratamentos de superfícies, sem e com condicionamento com ácido fluorídrico e com o condicionamento com primer cerâmico autocondicionante;
- Comparar o desempenho da vitrocerâmica dentária à base de dissilicato de lítio frente ao tratamento convencional e o tratamento de superfície simplificado.

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES DAS CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

Diante da crescente evolução da Odontologia Estética, a cerâmica odontológica adquire destaque por ser considerada uma opção estética satisfatória com particularidades semelhantes aos dentes naturais com o objetivo de satisfazer a exigência estética estabelecida pela sociedade moderna. Com o avanço e melhorias das suas propriedades, tornaram-se uma alternativa confiável para restauração de dentes com destruição coronária extensa oriunda de fratura ou cáries e reabilitação de elementos perdidos. Vários tipos estão presentes para fabricação de restaurações indiretas diferenciando segundo suas indicações, propriedades, processo de fabricação e composição (GUERRA et al., 2007).

Apresentam-se como estruturas inorgânicas, de acordo com Amaral et al. (2014), com a presença de oxigênio (O) com um ou mais elementos metálicos ou semimetálicos, especificamente o alumínio (Al), lítio (Li), cálcio (Ca), boro (B), cério (Ce), silício (Si), magnésio (Mg), titânio (Ti), fósforo (P), potássio (K), sódio (Na), e zircônio (Zr). São representadas como sólidos cristalinos ou como sólidos amorfos, chamados de vidro. (ANDRADE. et al., 2017).

Segundo Galante et al. (2019), as cerâmicas odontológicas estão divididas em 4 categorias, dependendo da composição do sistema principal, em sistemas à base de vidro (principalmente sílica); sistemas à base de vidro reforçadas, geralmente cristais cristalinos (por exemplo, leucita e dissilicato de lítio); sistemas baseados em cristais com cargas de vidro (principalmente alumina); sólidos policristalinos (alumina e zircônia). Além dessa classificação podem ser separadas quanto a translucência, cimentação, resistência, indicações clínicas, temperatura de fusão, método de processamento e sensibilidade de superfície sendo que a principal diferença entre as cerâmicas está relaciona-se a estética e as propriedades mecânicas (MACLAREN e FIGUEIRA, 2015), conforme Tabela 1 e 2.

As primeiras cerâmicas inseridas no mercado odontológico foram as feldspáticas que apesar da alta translucidez e expansão térmica próxima aos dentes, são friáveis e apresentam baixa resistência a tração e flexão (60-90 MPa) restringindo seu uso a regiões de baixo esforço mastigatórios como as anteriores. A adição de cristais de leucita, dissilicato de lítio, alumina, zircônia para reforço da matriz cristalina das cerâmicas feldspáticas melhorou a resistência e diminuiu a propagação de trincas expandindo seu uso para regiões posteriores (AMOROSO et al., 2012; KELLY & BENETTI, 2011; ANDRADE et al., 2017).

Tabela 1 - Características das cerâmicas feldspáticas e reforçadas

<b>Cerâmica</b>	<b>Sistemas</b>	<b>Indicações</b>	<b>Características</b>	<b>Sensibilidade</b>	<b>Resistência Flexural (MPa)</b>
Feldspáticas (SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Na <sub>2</sub> O-K <sub>2</sub> O)	VITABLOCKS Mark II, VITA Triluxe Bloc, VITABLOCKS Esthetic Line, VITAVM7, VITA VM9, VITAVM11, VITA VM13 (VITA); Duceram Plus, Duceram Kiss (Degudent); Super-Porcelain EX3, Cerabien (Noritake)	Cobertura de infra-estrutura metálica (metalocerâmicas) Inlays, onlays e facetas Recobrimento de infraestrutura cerâmica (livre de metal)	Matriz vítrea com partículas cristalinas dispersas	Ácido sensíveis	110 - 150
Reforçadas com leucita (SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -K <sub>2</sub> O)	IPS Empress (Ivoclar Vivadent), Optimal Pressable Ceramic (Jeneric Pentron), IPS ProCAD (Ivoclar Vivadent), IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent), Paradigm <sup>TM</sup> C(3M/ESP E)	Inlays, onlays e facetas Coroas anteriores Recobrimento de infraestrutura cerâmica	Matriz vítrea com reforço de partículas de leucita	Ácido sensíveis	97 - 180
Reforçadas com dissilicato de lítio e derivados (SiO <sub>2</sub> -Li <sub>2</sub> O)	IPS Empress 2, IPS e.max Press (Injetado), IPS e.max CAD (fresado), (Ivoclar Vivadent); 3G <sup>TM</sup> OPC (Pentron Ceramic Inc.), Obsidian (Glidewell Laboratories), Suprinity (Vita), Celtra Duo (Dentsply)	Inlays, onlays, facetas, Infraestruturas de coroas totais Prótese fixa de até 3 elementos anterior ou posterior até pré-molares, lentes de contato, prótese adesiva anterior	Matriz vítrea com reforço de partículas de dissilicato de lítio ou silicato de lítio	Ácido sensíveis	300 - 400

Fonte: Silva Neto *et al.*, 2020



Tabela 2 - Características das cerâmicas infiltradas e policristalinas (alumina e óxido de zircônia).

Cerâmica	Sistemas	Indicações	Características	Sensibilidade	Resistência Flexural (MPa)
Alumina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) Espinélio (MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) Zircônia (ZrO <sub>2</sub> )	In Ceram Alumina (VITA) In Ceram Spinell (VITA) In Ceram Zirconia (VITA)	Coroa total anterior e prótese fixa anterior de até 3 elementos Prótese fixa anterior de 3 elementos, coroa posterior, ponte fixa posterior 3 elementos até 1 molar	Fase cristalina com vidro infiltrado	Ácido resistentes	550 - 650
Cerâmica policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP)	Alumina Pura Lava (3M); ProceraAllZirkon (Nobel); Cercon (Degudent); Y-TZP (VITA); IPS e-max Zir CAD (Ivoclar) Zirkonzahn (Zirkonzahn)	Infraestruturas de coroas e próteses fixas de 3 elementos em dentes anteriores e posteriores	Estrutura cristalina, com melhores propriedades mecânicas e opacidade	Ácido resistentes	900 - 1200

Fonte: Silva Neto *et al.*, 2020

Nesse contexto do desenvolvimento por cerâmicas mais resistentes estruturalmente que cumprisse as exigências funcionais, a adição de óxido de alumina e zircônia aumentou a tenacidade e a resistência a fratura, porém resultou em limitações estéticas e perda das propriedades ópticas. A incorporação de óxido de ítria a zircônia estabiliza a cerâmica na fase tetragonal impedindo a propagação de trinca pois com o aumento do volume gerado por esta transformação gera uma força compressiva fechando e contendo a mesma (AMOROSO *et al.*, 2012).

Qualquer cerâmica dentro destas categorias pode ser considerada como um compósito, caracterizando um material de duas ou mais fases distintas. Os materiais cerâmicos com maior conteúdo de fase vítrea possuem as melhores propriedades ópticas para reabilitação dentária

enquanto as cerâmicas de subestrutura de maior resistência são geralmente cristalinas (KELLY & BENETTI, 2011, CONRAD et al., 2007).

As cerâmicas odontológicas são formadas por duas fases: fase vítrea, que é a matriz amorfa que envolve os cristais e a fase cristalina, formada pelos óxidos que compõem as cerâmicas (CRAIG, 2004). Esta última, é responsável pelas propriedades mecânicas do material. Os cristais de leucita foram o primeiro componente ou agente modificador incorporado em proporções de 17 a 25% em relação à massa de cerâmica feldspática e apresenta expansão térmica e alto coeficiente de contração. Estas propriedades permitem sua associação com outros óxidos a fim de controlar sua expansão térmica tornando-a compatível ao do material da infraestrutura diminuindo o estresse térmico residual. Esse acréscimo permitiu a sua utilização como material de recobrimento para as tradicionais coroas metalocerâmicas que vigora até os dias atuais, com alta resistência, durabilidade e longevidade (KELLY et al., 2004, GUERRA et al., 2007).

O aumento da fração de fase cristalina das cerâmicas à base de sílica através do alto módulo de elasticidade promove melhorias significativas nas propriedades mecânicas e por consequência diminui a propagação de trincas. Desta forma, tem-se as vitrocerâmicas reforçadas com leucita com um acréscimo na resistência a flexão em torno de 35-55% comparado as porcelanas feldspáticas e as cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio com 4 vezes maior resistência (MARTIN et al., 2010). Já a adição de zircônia ao dissilicato de lítio aumenta a resistência à flexão e o módulo de elasticidade quando comparada as vitrocerâmicas de dissilicato de lítio (ELSAKA & ELNAGHY, 2016).

A fase vítrea da cerâmica apresenta propriedades dos sólidos não cristalinos, estrutura irregular e a ausência de planos atômicos sendo responsável pela maior limitação dos materiais cerâmicos que é a susceptibilidade de propagação de trincas diferente dos metais com estrutura cristalina verdadeira. Estão presentes características como dureza, temperatura de fusão, viscosidade, temperatura de transição vítrea e coeficiente de expansão térmica (VAN NOORT, 2004).

As cerâmicas odontológicas são capazes de reproduzir as complexas características ópticas da estrutura dental tais como translucidez, opalescência, fluorescência e opacidade. Apresentam biocompatibilidade, estabilidade química, alta resistência à abrasão, manutenção da cor e textura por longo períodos e menor retenção de biofilme devido a lisura superficial (ANDRADE et al., 2013). Como vantagens são resistentes à compressão, condutividade

térmica, radiopacidade (GALANTE et al., 2019), durabilidade, coeficiente de expansão térmica e rigidez aproximada com o dente (MAZARO et al., 2016).

Contudo, algumas características desfavoráveis limitam a aplicabilidade das cerâmicas odontológicas, como a sua baixa tenacidade à fratura, propriedade esta, que melhor determina a resistência de um material de resistir a trinca tornando propensa a falhas. Com isso, quando utilizadas em aplicações estruturais, como a prótese fixa, apresentam o risco de sofrer fratura catastrófica. As cerâmicas odontológicas mais tenazes (zircônia policristalina) apresentam tenacidade de 7,0 a 9,0 MPa.m<sup>1/2</sup>, enquanto os metais apresentam tenacidade muito superiores. A tenacificação por transformação de fase (tetragonal para monoclínica) dos cristais de zircônia é responsável por esse alto valor de tenacidade (ANDRADE et al., 2017).

Outra questão problemática é a resistência ao desgaste dos materiais cerâmicos basicamente quando a sua superfície se mostra áspera ou quando o paciente apresenta hábitos de apertar ou ranger os dentes como o bruxismo que pode levar ao desgaste do dente antagonista (BELLI et al., 2014). Os materiais dentários restauradores ideais devem ter comportamentos tribológicos semelhantes ao esmalte natural, relacionados à rugosidade da superfície, coeficiente de atrito e mecanismo de desgaste, a fim de evitar excessivamente a abrasão dos dentes naturais. A zircônia apresenta resistência à flexão > 1000 MPa, módulo de elasticidade 210 GPa e dureza 10 GPa, muito acima do esmalte humano com resistência à flexão de 280 MPa, módulo de elasticidade de 94 GPa e dureza de 3,2 GPa (WANG et al., 2012).

### 3.2 FABRICAÇÃO DE PRÓTESES CERÂMICAS EM SISTEMAS DE FRESAGEM CAD/CAM

Durante muitos anos, as coroas metalocerâmicas (Figura 1), produzidas convencionalmente nos laboratórios de prótese, constituíam a única opção estética para reabilitações, com excelente resistência mecânica. Essas coroas consistem numa infraestrutura de metal opaca recoberta por porcelana que não produz a translucidez natural dos dentes. O preparo para receber essa prótese desgasta excessivamente a estrutura dental sadia, afim de se obter o espaço necessário para as duas camadas (cerâmica e metal). Outra condição indesejável é a ausência de adesão da parte metálica ao substrato dental podendo a peça se soltar do remanescente dental (MARTIN et al., 2010; SILVA JUNIOR et al., 2018). Para que a porcelana de cobertura esteja aderida ao metal é necessário que o mesmo tenha o ponto de fusão superior ao da porcelana, além de mínima diferença de coeficiente de expansão térmica entre os materiais evitando assim tensões térmicas residuais excessivas (RIBEIRO et al., 2005).



Figura 1- Infraestrutura metálica de uma coroa metalocerâmica (Carvalho et al., 2010)

Com a evolução tecnológica dos materiais cerâmicos, essas restaurações multicamadas passaram a ser confeccionadas com sistema metal-free (Figura 2) nos quais materiais cerâmicos substituíram a infraestrutura metálica. Devido ao maior desempenho mecânico, as cerâmicas policristalinas tais como a alumina ( $Al_2O_3$ ) ou a zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Y-TZP) são usadas como infraestrutura e as cerâmicas feldspáticas, pela propriedade estética, preferida para camada de cobertura. Esta camada está sujeita a falhas devido a sua fragilidade a tensões trativas e compressivas quando submetidas às cargas mastigatórias ocasionando trincas e lascamento. Outra condição de insucesso ocorre quando o coeficiente de expansão térmica da infraestrutura é incompatível com a cerâmica de revestimento culminando em alguns casos na substituição da prótese (SILVA JUNIOR et al., 2018).

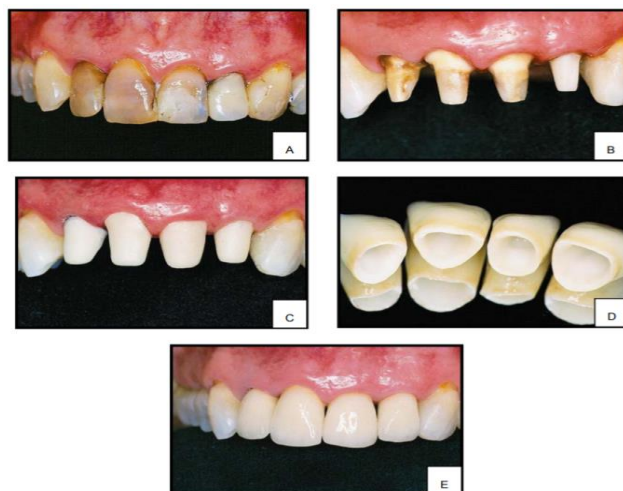


Figura 2 – Sequência da confecção de uma prótese dentária com sistema “metal-free”: (a-b) caso inicial e elemento dental preparado; (c) infraestrutura estética; (d) infraestrutura e recobrimento estético; (e) caso finalizado (Lazir et al., 2004)

Algumas técnicas de aplicação dessas camadas são propostas para melhorar sua resistência, tais como técnicas de estratificação, injeção de cerâmica de cobertura e fresagem CAD/CAM. A primeira consiste na confecção com pincel de várias camadas da mistura pó de cerâmica/liquido; a segunda a cerâmica de revestimento é injetada em um recipiente refratário com a infraestrutura já sinterizada e a última são fresados blocos de cerâmica para revestimento e para a infraestrutura (SILVA JUNIOR et al., 2018).

Para superar o comprometimento estético das restaurações metalocerâmicas e a fragilidade da camada de cobertura das restaurações “metal free”, o desenvolvimento das técnicas de processamento dos sistemas cerâmicos resultou na confecção de coroas monolíticas (Figura 3). Estes sistemas são fabricados com um único tipo de material cerâmico, melhorando o desempenho clínico pois reduz o risco de lascamento e fratura em razão da ausência de camadas e proporciona preparo dentários mais conservadores (ELSAKA & ELNAGHY, 2016). Para conferir naturalidade a essas peças monocromáticas são realizados processo de coloração nas camadas externas como a adição de pigmentos, blocos pré-sinterizados de cerâmica colorida, imersão em solução com corante e maquiagem (SILVA JUNIOR et al., 2018).



Figura 3 – Sistemas totalmente cerâmicos (laminados e coroa totais cerâmicas) (Barnabé et al., 2019)

A fabricação das restaurações monolíticas ocorre por meio das técnicas de prensagem ou injeção de pastilhas e fresagem em CAD-CAM. Nesse sistema são produzidas as cerâmicas reforçadas (com leucita, dissilicato de lítio, silicato de lítio reforçado com zircônia), Y-TZP (DENRY & HOLLOWAY, 2010) e cerâmica híbrida (86% de cerâmica e 14% de polímero) (STAWARCZYK et al., 2015). Sua evolução permitiu a produção de restaurações com outros materiais, como revestimento cerâmico, compósitos de resina e ligas metálicas (MOURA & SANTOS, 2015).

Os métodos tradicionais de fabricação de cerâmica foram descritos como demorados, sensíveis à técnica e imprevisíveis devido às muitas variáveis (WAI KIN LI et al, 2014), sendo assim o sistema CAD / CAM mostrou-se uma boa alternativa para dentistas e laboratórios. A produção de restaurações dentárias torna-se cada vez mais automatizada e difundida na área odontológica através desse sistema. Essa tecnologia sempre esteve muito presente em diversas áreas como a engenharia, automobilística e em vários campos da medicina, sendo, no final da década de 70, introduzida na odontologia. O sistema Cerec (Sirona, Alemanha) desenvolvido por Mormann e Brandestini, em 1980, foi o primeiro a ser lançado no mercado. Em seguida, novos sistemas foram desenvolvidos e aperfeiçoados (MIYAZAKI et al.,2009; MOURA & SANTOS, 2015; SILVA et al., 2017). Seu início na Odontologia representou uma grande inovação pois possibilitou a redução do tempo de fabricação e de consulta, controle e padronização produzindo peças sem porosidades e imperfeições, diminuiu distorções e falhas que possam ocorrer no processo manual, melhorou a adaptação e qualidade das peças protéticas (ALGHAZZAWI, 2016; ANDRADE et al., 2017).

Todo sistema CAD/CAM compõe-se por 3 passos: aquisição de imagens, desenho/projeto e manufatura, conforme esquematizado na Figura 4. A aquisição de imagens é realizada através de scanners intra ou extraorais. Neste último a imagem é obtida através do procedimento convencional de moldagem por meio de modelos de gesso que são convertidos em impressões virtuais. Os scanners intraorais captam as imagens das arcadas dentárias e o registro de oclusão dos pacientes. As imagens coloridas fornecidas por alguns scanners permitem a seleção de cor, registro do caso e a comunicação com o paciente (ALGHAZZAWI, 2016; ANDRADE et al., 2017; MOURA & SANTOS, 2015).

Após o escaneamento, as imagens são encaminhadas para o programa de computador ou o software, onde haverá a manipulação, planejamento das imagens e concepção dos parâmetros de fresagem (CAD). Esses softwares, na Odontologia tem uma interface intuitiva e de fácil manuseio permitindo que cirurgião dentista e o técnico em prótese dentária realizem o planejamento da reabilitação protética. Com isso, torna-se possível recortar e visualizar os modelos, além de avaliar o espaço ideal para restauração e sua espessura, região de contato oclusal e proximal e áreas retentivas do preparo (CAMARGO et al., 2018; SILVA et al., 2017). Com o modelo digital CAD visível no monitor do computador, ele pode ser rotacionado em três dimensões e ampliado para avaliar áreas críticas do modelo antes de transmitir o arquivo ao processo de fabricação. Tais recursos reduzem erros de fabricação e viabilizam o

aprimoramento da qualidade final da prótese (ALGHAZZAWI, 2016). Por fim, a restauração é produzida por intermédio de uma fresadora ou da impressão digital 3D.

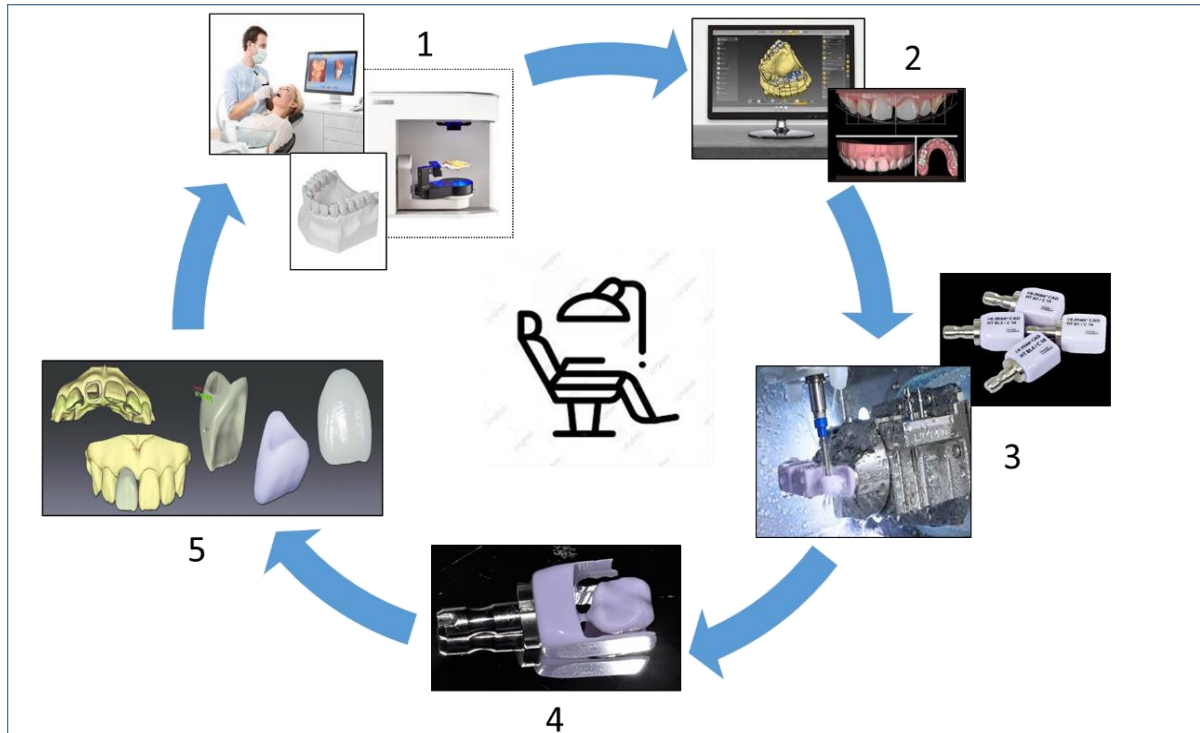


Figura 4 – 1. Aquisição de imagens através do scanner intraoral ou scanner extraoral; 2. Planejamento através do software ou programas de computador; 3. Processo de manufatura auxiliada ou CAM por meio de uma fresadora ou da impressão digital 3D; 4. Bloco cerâmico usinado; 5. Peça protética finalizada para cimentação

Fonte: a autora

Na Odontologia digital são fabricadas próteses dentárias através da usinagem/fresagem de bloco de materiais restauradores para obter a peça planejada (onlays, inlays, pontes fixas, infraestruturas de pontes, facetas, coroas totais, pilares personalizados e copings, entre outras) caracterizando esse processo de manufatura subtrativa. Outra forma de confecção é a fabricação aditiva, também conhecida como impressão 3D, que permite a construção da prótese adicionando os materiais camada por camada, com base em um modelo 3D computadorizado (CAMARGO et al., 2018; MOURA & SANTOS, 2015; GALANTE et al., 2019). Os materiais cerâmicos são encontrados na forma de lingote ou bloco cerâmico podendo não estar sinterizado (estado verde), totalmente sinterizado ou parcialmente sinterizado (ANDRADE et al., 2017; MIYAZAKI et al., 2009). Os blocos pré-fabricados usados para usinagem da estrutura protética são de cerâmica, materiais híbridos de cerâmica e resina composta, resinas acrílicas, ligas metálicas e ceras (MIYAZAKI et al., 2009).

Entre os sistemas CAD-CAM odontológicos, tem-se duas formas de produção das restaurações. O primeiro baseia-se na fresagem da peça protética de um bloco de material sinterizado, enquanto o segundo, um bloco pré-sinterizado é usinado posteriormente em forno. Ambas as técnicas são utilizadas em odontologia e cada uma delas tem suas vantagens e desvantagens. O bloco usinado fornece a restauração uma maior precisão de seus contornos e forma, além de economizar hora clínica, pois a restauração não requer um calor adicional para tratamento. Entretanto, na fresagem de um material altamente resistente, como as cerâmicas policristalinas, há o desgaste das ferramentas da unidade de usinagem e maior tempo é exigido para a confecção da restauração. Além disso, ao usinar materiais frágeis como as cerâmicas dentárias podem levar à formação de microfissuras e defeitos de superfície (MOURA & SANTOS, 2015, SILVA et al., 2017).

Atualmente, os substratos mais comuns usados para a fabricação em CAD-CAM no consultório odontológico de restaurações totalmente em cerâmica são as vitrocerâmicas de dissilicato de lítio,  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ . Um estudo avaliou os danos provocados pelas fresas de diamante na superfície dessa vitrocerâmica que podem influenciar na resistência e desempenho desse material. Durante o processo de fresagem o contato entre as partículas irregulares de diamante das fresas e a superfície da cerâmica, ocorre uma concentração de tensão localizada, resultando em microfratura e falha do material. Apesar das etapas de pós-processamento, incluindo tratamentos térmicos de cristalização e recozimento, modificarem os defeitos gerados e os estados de tensão residual, não eliminam completamente os danos à superfície introduzidos no momento da usinagem influenciando na resistência à fratura da prótese (ROMANYK et al., 2009).

Quando a restauração é produzida a partir bloco pré-sinterizado, há a cura de microfissuras resultantes da usinagem durante o processo de cristalização subsequente. Com isso, esta técnica de processamento compreende menor tempo de usinagem para um material menos denso, mas tendo em vista, que após a sinterização mudanças dimensionais devido ao encolhimento poderão ocorrer, poderá levar a desadaptação da restauração protética (MOURA & SANTOS, 2015, SILVA et al., 2017).

Os sistemas CAD/CAM são classificados quanto a sua utilização. Quando o escaneamento, desenho da peça protética e a fresagem são feitas no consultório odontológico são denominados “chairside”, enquanto os sistemas “inLab” a fresagem da peça é finalizada no laboratório. Atualmente no mercado odontológico vários sistemas estão disponíveis como os sistemas LAVA C.O.S. 3M-ESPE e iTero - Cadent que realiza apenas a digitalização em



consultório, sistemas chairside (CEREC AC - Sirona; E4D Dentist- D4D), os que realizam todas as fases por meio do modelo de gesso encaminhado (CEREC inLab - Sirona; Everest - Kavo) e sistemas onde o arquivo CAD é enviado ao centro de produção para a produção da infraestrutura (Procera - Nobel Biocare; LAVA - 3M ESPE) (MOURA & SANTOS, 2015).

As desvantagens da tecnologia CAD/CAM quando comparadas às técnicas convencionais são referidas ao custo alto para a aquisição do equipamento, a necessidade de aprendizado para operar os aparelhos e o grande desperdício de material na usinagem. O resíduo corresponde aproximadamente 90% do bloco pré-fabricado para uma restauração típica e sobras destas restaurações dentárias não são reutilizáveis (SILVA et al., 2017). As limitações da técnica implicam em algumas alterações de procedimento. As câmaras digitais não são capazes de digitalizar os preparos subgingivais e nesse caso se faz necessário a moldagem tradicional e posterior digitalização do modelo obtido. Para a reprodução dos preparos dentários que irão receber a restauração os mesmos precisam estar visíveis e arredondados (MOURA & SANTOS, 2015).

### 3.3 VITROCERÂMICAS À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO

As cerâmicas dentárias de dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) foram introduzidas pela primeira vez em 1988 para uso como material de núcleo pela técnica de prensagem à quente comercializado como IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent, Lichtenstein). Esse material foi classificado como vitrocerâmica, um subgrupo de vidros cheios de partículas que continha aproximadamente 70% de carga de dissilicato de lítio cristalino. A utilização de um procedimento de fundição sob pressão resultou em um material que possuía menos defeitos e uma distribuição mais uniforme dos cristais. A reformulação e o refinamento do processo de produção da IPS Empress 2 culminou na produção de uma nova classe de cerâmica lançada em 2005 sob a marca de IPS e. Max Press, com melhor desempenho mecânico, em razão do maior intertravamento entre os cristais e a redução de tamanho dos cristais conformados controlando a propagação de trincas (WILLARD et al., 2018; SILVA JUNIOR et al., 2018).

Por fim, a introdução do IPS e. Max Press levaria ao término da linha Empress 2 em 2009. O sistema IPS e.max Press consiste de duas diferentes cerâmicas vitrificadas. A infraestrutura é formada por uma cerâmica vitrificada com uma fase cristalina de dissilicato de lítio, e a cerâmica de revestimento é vitrificada com apatita. A fase cristalina desta cerâmica de dissilicato de lítio representa em torno de 70% em volume, e os cristais, com 5 $\mu\text{m}$  de comprimento e 0,8 $\mu\text{m}$  de diâmetro, formam uma estrutura com resistência à flexão com valores de 350 MPa (GUESS et al., 2011; FASBINDER et al., 2010; RAIGRODSKI & CHICHE, 2010).

A técnica de processamento do sistema IPS e.max Press para restaurações de cerâmica pura foi a técnica de cera perdida, no início dos anos 90 (BOTTINO et al., 2001). Nesse método um padrão de cera de infraestrutura ou peça protética a ser confeccionada é contida em um molde refratário para moldagem pela injeção a quente. Para remover a cera, o refratário é colocado dentro de um forno convencional (pré-aquecido a 700°C por 30 min). O espaço deixado pela cera é ocupado posteriormente pela vitrocerâmica. Dentro do forno, a pastilha de dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) é posta na abertura do refratário junto com o cursor de alumina formando o conjunto (refratário, cerâmica, cursor de alumina) onde a cerâmica é inserida por meio de fluxo viscoso. A temperatura inicial de 700<sup>0</sup> C chega a 920<sup>0</sup> C, com taxa de aquecimento de 60°C/min para injeção da cerâmica conservando em 20 min à pressão de 5 bar (CONRAD et al., 2007).

Em razão da resistência aliada com a tenacidade a fratura, as vitrocerâmicas de dissilicato de lítio são recomendadas para uso em restaurações indiretas adesivas como laminados cerâmicos, inlays, onlays, coroas totais e ponte fixa em regiões anteriores e posteriores até pré-molar, como infraestrutura de peças protéticas com 3 elementos com recobrimento de camada de cerâmica feldspática (COLARES et al., 2013).

Devido as suas características as cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio apresentam uma gama de vantagens, entre elas: excelência estética e translucidez, resistência e ausência de infraestrutura metálica ou opaca. Sua força é mais do que o dobro da primeira geração de cerâmicas reforçadas com leucita e seu bom desempenho expandiu seu uso para restaurações fresadas (DENRY & HOLLOWAY, 2010).

Com o surgimento da odontologia digital, os avanços no design e métodos de fabricação auxiliado por computador, introduziu-se em 2006 o IPS e. Max CAD como vitrocerâmico dissilicato de lítio monolítico, preparado especificamente para uso em CAD / CAM. Os blocos são fabricados em um processo chamado de fundição sob pressão utilizado na indústria do vidro. Os blocos pré-cristalizados são compostos principalmente de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ), com resistência à flexão de  $130 \pm 30$  MPa, fácil de usar e após a sua recristalização em um forno de cerâmica, os metassilicatos são dissolvidos, o dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) cristaliza e a cerâmica é glazeada ao mesmo tempo. Os blocos tornam-se translúcidos quando muda de azul para o tom escolhido (LI & MATINLINNA, 2014). Ao término do processo de moagem, o material é tratado termicamente e glazeado em uma etapa única, resultando na restauração de dissilicato de lítio. Em virtude da sua ótima translucidez e superioridade estética em conjunto com a resistência flexural de 300 a 400MPa (ANDRADE et al, 2017), facilidade

de uso, o IPS e Max CAD tem sido crescentemente empregado ao longo dos últimos anos (WILLARD et al., 2018; SONG et al., 2016.).

O desenvolvimento de blocos vitrocerâmicos à base de silicato de lítio para fresamento CAD / CAM segue, basicamente, três etapas: (a) fusão do vidro; (b) um tratamento térmico primário para melhorar a usinabilidade dos blocos na fresagem CAD / CAM; (c) tratamento térmico após moagem em temperaturas acima de 820°C (confeccionada em laboratórios seguida da moagem de próteses), com a finalidade de maximizar a formação de dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) e a diminuição controlada da fase amorfa, para se adequar às propriedades ópticas e mecânicas de próteses (ALVES et al., 2019). De acordo com o fabricante, várias formulações de vidro (nomeadamente  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e outros íons corantes adicionais) são combinados usando a tecnologia do processamento cerâmico. Os blocos parcialmente cristalizados usados para moagem no IPS e Max CAD são compostos por 40% de cristais de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ), tamanho de 0,2-1,0  $\mu\text{m}$  e formato de placas, inseridos em uma fase vítrea juntamente com os núcleos de dissilicato de lítio.

Quando totalmente cristalizado, o IPS e Max CAD produzem uma microestrutura de 70% de cristais de dissilicato de lítio de grão fino, incorporados em uma matriz vítrea (IVOCLAR, 2016). A microestrutura apresenta-se como cristais de dissilicato de lítio altamente entrelaçados com 5 $\mu\text{m}$  de comprimento e um diâmetro de 0,8  $\mu\text{m}$  (DENRY & HOLLOWAY, 2010). Sabe-se que fatores relacionados à estrutura cristalina, como tamanho, fração volumétrica e distribuição, desempenham um papel significativo nas propriedades mecânicas e químicas de um material cerâmico; no entanto, apesar de muitos estudos, a relação exata entre microestrutura e propriedades mecânicas ainda não foi determinada (WILLARD et al., 2018).

### 3.4 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DAS CERÂMICAS PARA ADESÃO

A morfologia e as propriedades químicas da superfície da cerâmica são fatores muito importantes para a ligação entre o cimento e cerâmica. Essas propriedades podem ser alcançadas pela aplicação de agentes de condicionamento químico ou tratamentos mecânicos, criando uma associação micromecânica e química, ao cimento resinoso. A qualidade da cimentação é um fator dominante e necessário para o sucesso a longo prazo das restaurações de vitrocerâmicas. Os cimentos resinosos não apenas fornecem uma ligação mais forte e duradoura entre a cerâmica e a estrutura dental, mas também contribuem para resultados estéticos e maior

resistência mecânica. O protocolo de cimentação deve proporcionar um monobloco dente-material restaurador (TIAN et al., 2014; LI et al., 2014).

Para alcançar esses resultados, as vitrocerâmicas devem ser condicionadas com ácido fluorídrico, lavadas para remoção do ácido e em seguida, aplicar o agente de união. O objetivo do condicionamento com ácido fluorídrico é dissolver o componente vítreo, expondo a fase cristalina, provocando assim, aumento da rugosidade superficial da cerâmica, que a seguir, serão impregnadas pelo silano, cujos radicais orgânicos unem-se quimicamente com moléculas do cimento resinoso e os grupos monovalente hidrolisáveis ligam-se quimicamente com o silício contido tanto na matriz vítrea, quanto na fase cristalina da vitrocerâmica (BELLI et al., 2014; PROCHNOW et al., nov. 2018).

A ligação de cerâmica e cimento resinoso é submetida a um ambiente complexo na cavidade oral, sendo influenciada por vários fatores extrínsecos, como mudança de temperatura, saliva, ingestão diária de alimentos e bebidas, força mastigatória e demais hábitos. Conseqüentemente, os testes de laboratório devem simular essas variáveis para permitir o desenvolvimento de materiais com características superiores e métodos de preparação de superfície que forneçam resistências duradouras a longo prazo no ambiente oral (LI et al., 2014).

De acordo com a sua composição química, as cerâmicas são classificadas em ácido-sensíveis e ácido-resistentes. As cerâmicas ácido-sensíveis apresentam sílica em sua composição. O ácido fluorídrico promove a dissolução da matriz vítrea dessas cerâmicas reagindo com o dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ). Em contrapartida, as cerâmicas ácido-resistentes são definidas como um grupo que contém no máximo 15% de sílica com pouca ou nenhuma fase de vidro. A matriz cristalina apresenta quantidade alta de óxido, como o óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) e alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). São muito resistentes, porém, a superfície não pode ser condicionada pelo ácido fluorídrico (HF), que é o meio químico usual para condicionar a superfície e obter adesão micro-mecânica (ANDRADE et al., 2017). O processo de tratamento de superfície dessas cerâmicas policristalinas consiste no jateamento partículas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), irradiação a laser, jateamento de areia com partículas de alumina revestidas com sílica, dentre outros (TIAN et al., 2014).

A ligação da vitrocerâmica ao cimento resinoso, ocorre por uma união micromecânica, utilizando ácido fluorídrico e outra química, com uso de um silano. O processo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) na cerâmica reforçada de dissilicato de lítio

consiste na remoção da matriz vítrea devido à maior afinidade do fluoreto (presente no ácido HF) que reage com o silício quando comparado ao oxigênio, o que permite ao HF ionizado dissolver as ligações silício-oxigênio (silanol) presentes na vitrocerâmica. Conseqüentemente, há a degradação da porção vítrea e parcialmente da cristalina expondo os cristais de dissilicato de lítio que serão sítios para a adesão micromecânica aos cimentos resinosos. As alterações micro-morfológicas das superfícies cerâmicas promovem uma melhor resistência de união das cerâmicas de dissilicato (SUNFELD et al., 2018). A área de superfície condicionada e a energia livre superficial aumenta permitindo que o cimento resinoso penetre criando micro retenção e embricamento mecânico. Este fato resulta em irregularidades superficiais de 5-20  $\mu\text{m}$  de profundidade (PROCHNOW et al., 2018). O tempo de condicionamento das cerâmicas é muito discutido na literatura, para as cerâmicas feldspáticas há a variação de tempo de 1 a 4 min, devido a sua constituição, onde apresenta 70% de componente vítreo e 30% cristalino. As cerâmicas a base de dissilicato e silicato lítio, que apresentam 40% de porção vítrea e 60% de cristalino, o tempo de condicionamento varia de 20 a 60 s (PROCHNOW et al., 2018)

Estudos demonstram que ao aumentar o tempo de exposição ao ácido durante o tratamento de superfície nas vitrocerâmicas acarreta uma dissolução excessiva do componente cristalino e os poros e sulcos tornam-se mais evidentes e maiores, podendo modificar o processo de adesão entre o agente adesivo e as cerâmicas e diminuir a resistência estrutural do material (ZOGHEIB et al., 2011). Vários tipos de vitrocerâmica podem produzir microestruturas diferentes após diferentes tratamentos de superfície, o que pode conseqüentemente afetar a resistência de união entre cimento cerâmico e resina (TIAN TIAN et al., 2014).

O condicionamento cerâmico é um processo dinâmico e varia devido à concentração de ácido, tempo de condicionamento, constituição do substrato, estrutura física e topografia da superfície. A região interna da restauração cerâmica condicionada torna-se rugosa, com maior superfície disponível para cimentação, promovendo intertravamento micromecânico com cimento resinoso. Por outro lado, essas alterações superficiais diminuem a resistência à flexão, devido à formação de novos defeitos que induzem à formação de trincas. O condicionamento com ácido HF pode desempenhar um papel importante na falha mecânica, pois promove alterações superficiais da superfície das restaurações de acordo com sua concentração e tempo de ataque (TIAN et al., 2014).

Desta forma, a concentração ideal deve ser aquela que promove alterações superficiais sem enfraquecer a cerâmica. Estudos analisando o resultado de diferentes concentrações de

ácido fluorídrico (HF) na resistência de união entre uma cerâmica de vidro à base de dissilicato de lítio e um cimento resinoso concluiu que o ácido fluorídrico nas concentrações de 3%, 5% e 10% criou maior adesão da resina à cerâmica de dissilicato de lítio após o envelhecimento, porém, houve uma diminuição significativa na resistência de união após 150 dias de armazenamento e termociclagem. O ácido fluorídrico a 3% deve ser considerado com cautela, pois provocou pequenas alterações topográficas na superfície da cerâmica, além de apresentar valores de rugosidade inferiores às concentrações de 5 e 10% e na concentração de 1% levou a uma ligação muito fraca após o envelhecimento (PROCHNOW et al, nov.2018).

Outra condição importante ao uso do HF remete ao trauma grave nos tecidos moles, pois trata-se de uma substância perigosa e extremamente corrosiva. Necrose epitelial foi observada na pele de ratos 24 horas após a exposição à HF. Além disso, os danos à pele mostraram uma forte extensão para camadas mais profundas da pele, com aumento da concentração de HF e duração da exposição. Levando em consideração essas premissas e conceitos, permanece incerta uma concentração ideal de ácido fluorídrico necessária para promover forças de união duráveis sem enfraquecer a cerâmica de vidro (DELLA BONA & ANUSAVICE, 2002; ZOGHEIB et al, 2011; XIAOPING et al, 2014; PROCHNOW et al, nov.2018).

A recomendação do fabricante é preparar a superfície cerâmica do dissilicato de lítio com ácido fluorídrico a 5% ou 10% por 20 s. Apesar disso, algumas pesquisas foram realizadas tentando reduzir essa concentração sem alterar o desempenho, pois a toxicidade do ácido fluorídrico é baseada na sua concentração. Sundfeld et al. (2018), investigaram como as concentrações de ácido fluorídrico (HF) aplicadas a uma vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio (E.max) afetam a morfologia da superfície e a resistência de união da cerâmica à dentina, usando cimentos resinosos fotopolimerizável com ou sem UDMA. Os blocos cerâmicos foram condicionados por 20 segundos em diferentes concentrações 1%, 5% e 10%. Ao aumentar a concentração de HF de 1 para 5 e depois para 10% levou ao aumento da remoção da matriz vítrea e maior exposição dos cristais de dissilicato de lítio. A concentração de 10% de HF aumentou a resistência de união quando comparada a 1% para a formulação de Bis-GMA / TEGDMA ( $p < 0,05$ ); enquanto HF 1% e 5% apresentaram valores resistência de união semelhantes quando comparados com 10% HF para a matriz de resina Bis-GMA / TEGDMA / UDMA ( $p > 0,05$ ) em dois tempos de armazenamento. Esse resultado é interessante, considerando a natureza perigosa do HF, pois a aplicação de baixas concentrações do ácido beneficiaria diretamente os dentistas e equipe.

A lavagem inadequada após o condicionamento ácido da superfície de cerâmica pode produzir quantidades variáveis de subprodutos (Fluorosilicato de Sódio, Potássio, Cálcio e Alumínio) que podem ser reconhecidos como um resíduo ou depósito branco. Esses resíduos formados se precipitam sobre a superfície cerâmica, causando a obstrução das microretenções criadas a partir do condicionamento (CANAY et al., 2001). Com o objetivo de eliminar esses precipitados, algumas técnicas de limpeza após o condicionamento foram questionadas na literatura, tais como lavagem em água corrente e ar (SHEN et al., 2004). De acordo com Canay et al. (2001), a limpeza em banho ultra-sônico torna a superfície da cerâmica mais receptiva à resina adesiva e favorece a remoção do precipitado ácido e do sal, formados pela reação com o neutralizador na superfície cerâmica, favorecendo a penetração do silano através dos poros deixados pelo condicionamento. Outra alternativa consiste na aplicação do ácido fosfórico a 37,5% ao banho em ultrassom em água destilada por 5 min, para remoção dos sais residuais (BELLI et al., 2010).

Com o tratamento superficial, o ângulo de contato entre o material cerâmico e o cimento resinoso diminui e a energia superficial aumenta determinando a condição necessária para que silano e cimento resinoso penetrem nas irregularidades deixadas na superfície da cerâmica condicionada (MORO et al., 2017; PORCHNOW et al., set/out 2018).

Os silanos são agentes de união que favorecem a ligação química entre a vitrocerâmica e o cimento resinoso pois reduzem o ângulo de contato e aumentam a molhabilidade da cerâmica. A camada de silano é normalmente de 10 a 50 nm de espessura e para uma ligação eficaz recomenda-se a aplicação de uma fina camada na superfície da cerâmica. Apresentam em sua composição trialcóxissilano, como 3-metacriloxipropil-trimetoxissilano como reagente principal, com dois grupos funcionais diferentes que servem de ponte entre as duas extremidades. Por um lado, a molécula do silano forma uma forte ligação com os grupos hidroxila da matriz vítrea e na fase cristalina de dissilicato de lítio da cerâmica (união siloxana), por outro, conectam quimicamente com moléculas da resina de Bis-GMA e TEGDMA, quando copolimeriza com os grupos metacrilatos encontrados tanto nos adesivos, como nos cimentos resinosos. Portanto, o silano serve de mediador para promover a adesão entre a porção inorgânica (porção vítrea da cerâmica) e orgânica (matriz orgânica dos cimentos resinosos) otimizando o processo adesivo (AGUIAR et al., 2016; MATINLINNA et al., 2018; MORENO et al., 2019).

Muitos protocolos de tratamento de superficial da cerâmica afim de se estabelecer a rugosidade necessária foram criados para avaliar a efeito desses tratamentos após a silanização

sobre a ligação com a cerâmica. Foi demonstrado que quando a vitrocerâmica foi tratada com jateamento de areia, polimento, ácido fluorídrico ou ácido fosfórico, os grupos exibiram as maiores forças de união do microcislamento. No entanto, quando um agente de união silano foi aplicado após os tratamentos acima, nenhuma diferença significativa das forças de união entre esses grupos foi notada. Isto implica que união do silano desempenha um papel importante na ligação resina-cerâmica independentemente de qual preparação de rugosidade da superfície é usada (TIAN TIAN et al., 2014).

Após ataque ácido da superfície das vitrocerâmicas e a aplicação do silano, segue-se a utilização do sistema adesivo (AMARAL et al., 2014). Os adesivos dentinários favorece uma ligação mais efetiva do cimento com às estruturas previamente tratadas, uma vez que o compósito é demasiado viscoso para aderir diretamente ao substrato; estes permitem que a restauração fique bem adaptada e a cavidade selada. Atualmente, o mercado disponibiliza três tipos de adesivos: os Etch and Rinse (ER), os Self Etch (SE) e mais recentemente os adesivos Universais. O mecanismo básico de todos os sistemas baseia-se na reposição da matéria mineral dos tecidos dentários através de monômeros resinosos, que após a polimerização ficam unidos micro mecanicamente ao substrato em questão. O adesivo vai ocupar os espaços deixados pela ação do ácido fluorídrico. Os adesivos Universais podem ser aplicados nas modalidades SE e ER, o objetivo é a capacidade de se adequarem a qualquer situação clínica (PERDIGÃO et al., 2013). Atualmente, os sistemas adesivos possuem um ou mais monômeros funcionais específicos que proporcionam a interação química com a superfície condicionada. Destes monômeros os mais conhecidos são: 10-MDP (10-Metacriloxididihidrogeno fosfato), 4-MET (4-Metacriloxietil trimelítico) e Fenil-P (2-metacriloxietil fenil hidrogeno fosfato) (VAN MEERBEEK et al.,2011). A inclusão do 10-MDP, primeiramente nos agentes cimentantes e depois em sistemas adesivos, proporciona aumento da resistência de união na cimentação das peças protéticas de vitrocerâmicas (AMARAL et al., 2014).

Os adesivos universais simplificam o procedimento de cimentação, oferecem praticidade de um produto de frasco único e reduzem o tempo de procedimento. Em sua composição apresentam monômeros de ácido fosfato, hidroxietilmetacrilato, água, etanol e silano. Desta forma torna-se desnecessário o uso de silano para a cimentação adesiva. No entanto, não é claro se os materiais com maior simplicidade da técnica ou menos etapas operacionais mostram melhor desempenho ou resultados. Um estudo em vitro avaliou o efeito de uma aplicação adicional de silano antes do uso de um adesivo universal através do teste de resistência de união por microcislamento imediatamente e após a termociclagem verificou



que o silano incorporado em um adesivo universal não produziu a mesma força adesiva que o mesmo separadamente (MORO et al., 2017).

Os cimentos resinosos são responsáveis pela ligação mecânica e química da vitrocerâmica ao dente. Sua aplicação traz como vantagens o selamento marginal, o melhor retenção e resistência à fratura das restaurações. Esses materiais devem ter altas propriedades mecânicas, resistência adesiva adequada ao substrato dental, alta resistência à dissolução e adesão satisfatória aos preparos dentários não retentivos para suportar a incidência constante de cargas mastigatórias elásticas, oblíquas, compressivas encontradas no ambiente oral. Como principais componentes da matriz do cimento, estão os materiais à base de metacrilato, como Bis-GMA (dimetacrilato de bis-fenol A diglicidil), TEGDMA (dimetacrilato de tri-etileno glicol) e UDMA (dimetacrilato de uretano), na sua ligação (TIAN TIAN et al., 2014; SUNDFELD et al., 2018).

Os cimentos resinosos apresentam um potencial de ligação diversificado com a vitrocerâmica. As forças de união de cisalhamento mais altas foram obtidas ao usar o Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ou o RelyX Unicem ligado a cerâmicas de dissilicato de lítio condicionadas e silanizadas por ácido fluorídrico e silanizadas após termociclagem, em comparação com Panavia F (PIWOWARCZYK et al., 2004). Outro estudo usando a mesma cerâmica e tratamentos de superfície mostraram que os grupos ligados ao Multilink ou ao RelyX Unicem apresentaram maiores forças de união por microtração do que o grupo ligado ao Panavia F em condições termocicladas (PISANI-PROENCA et al., 2006). Resultados semelhantes também foram encontrados em cerâmica feldspática condicionada com HF e silanizada que foi cimentada com Noribond DC (Noritake Dental Supply, Inc., Aichi, Japão) ou Variolink II exibiram resistências de cisalhamento significativamente maiores do que a Panavia por 3 e 150 dias com água armazenamento (BLATZ et al., 2004). Embora o Panavia seja considerado um padrão-ouro para cimentos resinosos, ele apresenta resistência de união relativamente baixa em comparação com outros cimentos resinosos devido à inibição da polimerização por monômeros ácidos presentes no cimento (SALZ et al., 2005).

Os fatores que podem influenciar a ligação resina-cerâmica com cimento resinoso são modo de polimerização, módulo de elasticidade e espessura. Comparado com os cimentos resinosos fotopolimerizáveis e com dupla polimerização, concluiu-se que os materiais ativados por luz tiveram um desempenho melhor que os cimentos com dupla polimerização. Outros estudos mostraram que cimentos resinosos duais exibiram forças de união de cisalhamento

significativamente mais altas em uma cerâmica feldspática do que as forças de união correspondentes para um cimento autopolimerizável (TIAN et al., 2014).

O módulo elasticidade do agente de cimentação parece ter pouco efeito sobre as tensões em uma coroa de cerâmica. Um estudo de análise de elementos finitos mostrou que, quando um cimento resinoso com um módulo elástico mais alto era substituído por um cimento com baixo módulo elástico, a magnitude das tensões de tração na vitrocerâmica não diminuía (PROOS et al., 2003).

A resistência de união entre a cerâmica de vidro e os cimentos resinosos foi proposta com o objetivo de diminuir com o aumento da espessura de cimento resinoso. Um experimento com modelo de elementos finitos demonstrou que um aumento da espessura do cimento de 10 para 180 $\mu\text{m}$  resultou em tensões mais altas no desenvolvimento do cimento resinoso. Este estudo investigou e mostrou que uma espessura de cimento resinoso inferior a 50 $\mu\text{m}$  pode criar uma melhor ligação a uma vitrocerâmica em comparação com uma espessura de filme superior a 50 $\mu\text{m}$  (LIU et al., 2009).

### 3.5 PRIMER CERÂMICO AUTOCONDICIONANTE

As características mecânicas de cada material (restauração cerâmica, cimento resinoso, agente de união, estrutura dentária) e a otimização da superfície dos substratos de união são os principais fatores que interagem no processo de estabelecimento de uma forte ligação entre a restauração e o remanescente dente. Para estabelecer uma ligação forte, é imprescindível o adequado tratamento do elemento dental e da região de cimentação da restauração. A adesão desempenha um papel fundamental no fortalecimento de restaurações indiretas adesivas estéticas. Uma resistência de união fraca entre restaurações e cimento resinoso pode levar a uma distribuição não homogênea de forças que pode resultar em falha coesiva do cimento resinoso, levando ao enfraquecimento da restauração não suportada sob as forças oclusais (EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU et al., 2018).

O ácido fluorídrico (HF) tem sido tradicionalmente usado como condicionador para os sistemas cerâmicos, dentre eles a vitrocerâmica de dissilicato de lítio mostrou excelentes resultados clínicos com excelentes propriedades ópticas / mecânicas e altas taxas de sobrevivência ao longo do tempo (GUIMARÃES et al., 2018). O condicionamento com ácido fluorídrico é responsável por produzir rugosidades e microporosidades para atingir a retenção micromecânica. Porém apresenta o risco de acidentes tóxicos na prática odontológica e um efeito enfraquecedor sobre a superfície cerâmica. Embora o HF possa efetivamente melhorar a

ligação entre cerâmica e compósito, é altamente corrosivo, podendo ser absorvido pelo sangue e ossos através da pele. Portanto, vários produtos químicos foram introduzidos para reduzir ou substituir o HF, como por exemplo, o fluoreto de fosfato acidulado e o difluoreto de hidrogênio e amônio (LYANN et al., 2018).

Diferentes trabalhos anteriores investigaram o efeito de variações nos protocolos de condicionamento em materiais cerâmicos e ligações com cimento resinoso, demonstrando o efeito atual dessas variações na microestrutura interna, a quantidade de fase vítrea perdida ou a ação do HF para condicionar profundamente os materiais cerâmicos. Atualmente, esses parâmetros parecem ser um desafio, uma vez que a odontologia minimamente invasiva levou a uma redução na espessura das restaurações cerâmicas (às vezes inferiores a 0,5 mm), deixando uma margem muito estreita em termos de dissolução de parte da estrutura dos materiais, pois pequenas alterações podem produzir grandes impactos em suas propriedades mecânicas. Há disponibilidade no mercado odontológico de uma grande variedade de materiais com diferentes composições, o que pressupõe a importância de analisar os efeitos estruturais da HF e outros agentes condicionantes em cada material, de acordo com cada composição específica (MURILLO-GÓMEZ et al., 2018).

No que diz respeito ao condicionamento com ácido fluorídrico (HF), a preocupação ainda é relevante, pois pode enfraquecer a cerâmica e alterar a eficácia de ligação ao cimento resinoso, dependendo do tempo de aplicação e concentração. Como outra alternativa versátil de condicionamento, um primer cerâmico autocondicionante foi introduzido em 2015 denominado Monobond Etch & Primer (Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein) (LOPES et al., 2018), com o objetivo de preparar o material cerâmico de forma suave e silanizar a sua superfície usando uma única solução (MURILLO-GÓMEZ et al., 2018).

O Monobond Etch & Prime (MBEP) é primer cerâmico autocondicionante em um único frasco que combina polifluoreto de amônio e silano sem o uso prévio de aplicação de ácido fluorídrico. Mesmo sendo autocondicionante, o primer deve ser lavado com água. Este sistema foi introduzido para simplificar o procedimento de cimentação, condicionando e silanizando a vitrocerâmica em uma única etapa sem comprometer o desempenho da colagem do material cerâmico ao cimento (EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU et al., 2018).

Os Fluoretos de amônio, especialmente bifluoretos de amônio em combinação com outros ácidos, foram investigados como possível meio de condicionamento para cerâmica dentária. O recém-desenvolvido sistema de ligação, o Monobond Etch & Prime (Ivoclar

Vivadent; Schaan, Liechtenstein) utiliza trifluoreto de diidrogênio tetrabutílamônio para condicionamento, com metacrilato trimetoxissililpropil como silano e éster ácido fosfórico metacrilado para o tratamento da superfície da cerâmica de dissilicato de lítio. Consiste em um sistema de condicionamento único que pode ter um desempenho superior aos outros sistemas de ligação para dissilicato de lítio, menos sensível à técnica e de fácil utilização (WILLE et al., 2017) que se propõe a eliminar a toxicidade do ácido fluorídrico, diminuir o tempo necessário de tratamento de superfície da cerâmica com os métodos convencionais (MURILLO-GÓMEZ et al., 2018), melhor padronização da aplicação (SIQUEIRA et al., 2016) e impede o efeito enfraquecedor na cerâmica de vidro (SCHERER et al., 2018).

O ácido fluorídrico pode queimar a pele e após sua penetração, move-se rapidamente para as camadas internas do tecido e libera o fluoreto de silício que é altamente reativo e tóxico. Ao reagir com o cálcio e o magnésio para formar sais insolúveis provoca necrose celular. Os íons fluoreto penetram em todas as camadas da epiderme, derme e tecidos subcutâneos causando destruição, necrose e lesões graves no osso devido a descalcificação. Por este motivo muitos países proíbem a sua aplicação e outras alternativas de condicionamento devem ser investigadas para um condicionamento eficaz (IVOCLAR, 2016).

Segundo o fabricante, o MBEP é aplicado na superfície de cimentação com um microbush (bastonetes de uso odontológico que possuem em sua ponta com micro cerdas confeccionadas especialmente em material sintético para que não absorva nem uma gota de produto) e esfregado por 20 segundos e para uma reação eficiente deve permanecer por 40 segundos. O polifluoreto de amônio atua na superfície da cerâmica estabelecendo um padrão de ataque, aumentando a energia superficial. Depois é cuidadosamente lavado com água e seco com ar por 20 segundos, remove-se desta forma o polifluoreto e os produtos de reação. Em seguida a reação do trimetoxipropil é iniciada pois uma fina camada de silano com ligação química atua permanentemente na superfície de cimentação reagindo através do grupo metacrilato do cimento resinoso. O polifluoreto de amônio reage com o silício da fase vítrea da vitrocerâmica sem a liberação de HF, fato confirmado por espectroscopia. O tempo de reação do HF deve ser adaptado a cerâmica para obter uma estrutura superficial adequada enquanto o MEP requer o mesmo tempo de reação para todos os materiais cerâmicos (esfregar 20s e deixar agir por 40s) (IVOCLAR, 2016).

A adesão estável do MBEP deve-se possivelmente ao seu mecanismo de ação. Esse primer único é aplicado na superfície de cimentação e esfregado por 20s o que remove a saliva e os óleos. Por 40s, o polifluoreto de amônio reage com a cerâmica para criar uma superfície áspera e ativada pelo silano, componente de seu próprio sistema. Após o tempo de reação, a

superfície da cerâmica é lavada com spray de água e ar, removendo o polifluoreto de amônio solúvel em água e formando ligações de oxigênio e silício durante o processo. A reação que ocorre entre a cerâmica ativada e o sistema silano demonstra uma forte ligação química. A superfície da cerâmica é seca com ar até que se remova toda a umidade. Depois disso, o sistema silano permanece na cerâmica e forma uma camada estável com o metacrilato que por sua vez se ligará com o cimento resinoso. É recomendado que, quando aplicado, o MBEP seja deixado em contato com a superfície cerâmica para permitir sua reação e, em seguida, deve ser lavado com água. Esta etapa é necessária para remover o condicionador ácido e os subprodutos da reação deixando apenas uma fina camada de silano que é quimicamente ligada à superfície da cerâmica. Essa etapa de lavagem com água é eficaz na remoção de resíduos (MORENO et al., 2019).

Seu efeito citotóxico acontece quando é aplicado em condições muito altas, o que não é realizado na prática clínica pois o produto é aplicado apenas em pequenas quantidades e o procedimento é realizado extraoralmente oferecendo risco muito baixo para o paciente e profissional. Assim como, os resultados de estudos demonstraram que em curto tempo de contato com a pele não mostrou ser irritante (IVOCLAR, 2016).

Além das informações do fabricante, estudos e pesquisa estão sendo publicados sobre o primer cerâmico autocondicionante demonstrando sua eficiência de ligação a diferentes tipos de cerâmica de acordo com quadro comparativo com artigos publicados a partir de 2016 demonstrado na Tabela 3. Os estudos de Murillo-Gómez et al., examinaram a eficácia de diferentes protocolos de tratamento superficial da cerâmica com diferentes concentrações de ácido fluorídrico afeta a integridade microestrutural superficial e até que ponto podem dissolver internamente a porção vítrea da cerâmica de diversos tipos de materiais cerâmicos CAD / CAM (IPS / Empress, IPS e.max (Ivoclar-Vivadent) e Enamic (VITA)) comparado a utilização do primer autocondicionante. O MBEP produziu padrões de condicionamento mais suaves e valores mais baixos de rugosidade do que qualquer outro protocolo, demonstrando que protocolos menos agressivos causam menor perda de material e protocolos de ataque forte podem danificar a microestrutura interna dos materiais, possivelmente afetando seu desempenho mecânico, principalmente nos casos de restaurações finas como facetas.

A topografia da superfície é um fator crítico na ligação razão pela qual é tão importante determinar se o primer cerâmico autocondicionante fornece um padrão de ataque adequado (WILLE et al., 2017). A avaliações dos estudos (SIQUEIRA et al., 2016; MORENO et al., 2019; PRADO et al., 2018; MURILLO-GÓMEZ et al., 2018; SCHERER et al., 2018) através da análise topográfica da superfície da cerâmica de dissilicato de lítio analisada com

microscopia eletrônica de varredura com o tratamento de superfície com a aplicação do MBEP em relação ao condicionamento padrão com ácido fluorídrico mostrou um padrão de ataque suave, com menor rugosidade deixando menos áreas de concentração de tensão. A dissolução da fase vítrea e a retenção micromecânica é menor ao passo que a resistência de união é comparável a ação do condicionamento ácido convencional ( HF seguido da aplicação do silano). Lopes et al., 2018, mostra que a morfologia do tratamento com MBEP exibiu nanoporosidades semelhante ao grupo controle (5 a 40 $\mu$ m), sem tratamento com ácido, mas com diâmetro maior (20 a 90 $\mu$ m) enquanto áreas isoladas ao redor dos cristais exibiram um ligeiro aumento no padrão de retenção.

Tabela 3 – Levantamento bibliográfico baseado em estudos de adesão em sistemas vitrocerâmicos

(continua)

Referências	Número de amostras (Direção/geometria/ dimensão)	Tipo de condicionamento (dissilicato de lítio)	Temperatura do tratamento térmico	Análise estatística	Forma de caracterização
Siqueira FSF <i>et al.</i> , 2016	12 blocos CAD / CAM (12 × 14 × 18 mm) de DL (E.max® CAD) cortados em duas seções retangulares (12 × 14 × 9 mm) (n = 24)	G 1: HF 5% (por 20s, lavado/seco com ar 30s e limpo com água destilada em ultrassom por 180s) + silano (esfregado e deixado reagir por 60s); G2: MEP ( esfregado por 20s e deixado reagir por 40s. Em seguida enxaguado e seco por 10s)	cristalização em um forno de 840 a 850 ° C por 20 a 31 minutos.	t Student ( $\alpha =0,05$ )	MEV (2.500x)
Wille S <i>et al.</i> , 2017	32 discos de DL (e.max CAD) com Ø 8 mm e 32 blocos de zircônia com altura e largura 10 × 10 mm	G1(n=16): HF 5% (por 20s) + silano (esfregado e deixado reagir por 60s) ; G2 (=16): MEP (aplicação com microbush, deixado em repouso por 60 s, depois limpo com spray de água por 15 s e seco com ar livre de óleo por 15 s.	-----	SPSS programa (Versão 20, IBM); Teste Shapiro-Wilk; ANOVA bidirecional	MEV (60x); MO (30x)
Román-Rodríguez JL <i>et al.</i> , 2017	20 amostras de DL (e.max CAD)	G1 (n = 10): HF 5% (por 20s) G2 (n=10): MBEP	-----	teste não paramétrico de Mann-Whitney ( $p <0,05$ ).	-----
El-Damanny e Gaintantzopoulou, 2018	40 discos retangulares de cada material, DL, cerâmica híbrida e feldspática foram divididas em 4 grupos (n=10); Amostras polidas	G1: sem tratamento; G2: Monobond Plus (silano) sem condicionamento (esfregado e deixado reagir por 60s); G3: HF 4,8% (por 20s, remoção com spray ar/água por 20s, seco por 10s + Monobond Plus (silano); MBEP ( fricção com microbush por 20s, deixado reagir por 40s, enxaguar em água por 20s e seca por 10s	sinterizadas seguindo o programa de cristalização recomendado pelo fabricante	bidirecional (ANOVA) e teste post hoc de Bonferroni em função do material CAD – CAM; software SPSS (Versão 15.0)	Microscópio de força atômica (AFM) , MEV; (2000x); EDS

Tabela 3 – Levantamento bibliográfico baseado em estudos de adesão em sistemas vitrocerâmicos

(continuação)

Referências	Número de amostras (Direção/geometria/dimensão)	Tipo de condicionamento (dissilicato de lítio)	Temperatura do tratamento térmico	Análise estatística	Forma de caracterização
Guimarães HAB., 2018	60 blocos IPS e.max Press (8 x 8 x 1mm) divididos em 6 grupos (n=10)	G1: HF 10% (20s, spray ar/água 30s, seco com spray ar) + sil (aplicado com microbrush e deixado reagir por 60s) + adesivo (aplicado em uma camada fina e polimerizado por 20s; G2: HF 10% + sil G3: HF 10% + sil + adesivo universal; G4: HF 10% + adesivo universal G5: MEP (fricção com microbrush por 20 s e foi deixado reagir por 40 s, spray de ar / água, secagem com spray de ar por 10 s+ adesivo; G6: MEP	-----	Os dados sobre SBS foram analisados no Stat Plus; quanto à homogeneidade (teste de Levene) e normalidade (teste de Kolmogorov-Smirnov) e o teste ANOVA; teste post hoc de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ).	MEV; MO
Lopes GC <i>et al.</i> , 2018	10 blocos IPS e.max foram cortados em 45 seções retangulares (14 x 4 x 2 mm <sup>3</sup> ); Amostras polidas	CON: sem tratamento; IVO: HF 5%; VIT: HF5%; FGM: HF 5%; ULT: HF 9%; BIS: HF 9,5%; PRM: HF9,6%; DEN: HF 10%; MEP (esfregado 20s, reage por 40s, remove com água por 10s). O grupo COM e HF receberam alicação de silano (60s e seco por 10s).	foram cristalizadas seguindo o programa de cristalização recomendado pelo fabricante	software estatístico IBM SPSS 22; quanto a normalidade teste de Kolmogorov-Smirnov (p = 0,129); quanto à variações teste de Levene (p = 0,232); análise de variância unidirecional foi calculada, seguida pelo teste post hoc de Duncan (p, 0,05).	FEMEIV; MO
Lyann SK <i>et al.</i> , 2018	450 blocos de e.max CAD (5 x 15 x 15mm) lixados, preparados e divididos em três grupos (n = 150), de acordo com os cimentos compostos utilizados: <i>Variolink DC Estética</i> (VE), <i>Multilink Automix</i> (MA) e <i>SpeedCEM</i> (SC). Cada grupo foi dividido em cinco subgrupos (n = 10) de acordo com o tratamento de superfície realizado.	Cada grupo foi dividido em cinco subgrupos (n = 10): Sem tratamento (controle); Monobond Plus ( 60s) (MP), 37% de fosfato ácido fosforórico (20s) + Monobond Plus (PA), HF 5% (20s) + Monobond Plus (HF) ; Monobond Etch & Prime (MEP) esfregado 20s, reage por 40s, remove com água por 10s	-----	Teste de Shapiro-Wilk (p> 0,05); os dados do TBS (em MPa) foram analisados por ANOVA bidirecional, seguido do teste t com correção de Bonferroni para comparação entre pares.	MEV MO

Tabela 3 - Levantamento bibliográfico baseado em estudos de adesão em sistemas vitrocerâmicos

(continuação)

Referências	Número de amostras (Direção/geometria/dimensão)	Tipo de condicionamento (dissilicato de lítio)	Temperatura do tratamento térmico	Análise estatística	Forma de caracterização
Murillo-Gómez F <i>et al.</i> , 2018	60 blocos (3 × 3 × 3 mm) DL CAD CAM; vitrocerâmica à base de leucita; cerâmica de vidro infiltrada com polímero Amostras polidas	6 grupos (n = 10) : (C) grupo controle HF 5% por 20 s; HF 5% 60s; HF 10% 20s; HF10% 60s; (MBEP) *Conforme o fabricante	Os blocos de DL foram cristalizados de acordo com as instruções do fabricante	testes Anderson-Darling (normalidade) Bartlett (homoscedasticidade); ANOVA e teste post-hoc em pares de Tukey ( $\alpha = 0,05$ )	Microscópio / software de varredura a laser 3D confocal (1000 ×); MEV; EDS
Prado M <i>et al.</i> , 2018	40 pastilhas de cerâmica de 2 mm de espessura obtidas de cada material seccionando as seções retangulares laterais dos blocos CAD / CAM de DL e cerâmica feldspática	2 grupos (n = 10): 1.HF + S (5% HF por 20s) + silano (SIL; Monobond Plus MEP 2.condição de armazenamento: linha de base (sem envelhecimento); testado 24 horas após a cimentação) ou envelhecido (70 dias de armazenamento de água + 12.000 ciclos térmicos)	Os blocos de DL foram cristalizados de acordo com as instruções do fabricante (840 ° C, 7 min)	Teste t Student ( $\alpha = 0,05$ ); Teste Chi-squared ( $\alpha = 0,05$ );	MEV; Goniômetro (Medida do ângulo de contato); MO ( falhas adesivas, mistas e coesivas)
Scherer MM <i>et al.</i> , 2018	120 amostras de DL em forma de disco (Ø = 10 mm, espessura = 1,5 mm) simulando a superfície oclusal média de um primeiro molar; discos análogos a dentina foram condicionados HF 10% por 1 min, Após a cimentação, todos os conjuntos tiveram uma espessura final de 3,5 mm (distância média entre a superfície oclusal do teto da câmara de dente e polpa)	6 grupos, 2 fatores de estudo: SIL - somente aplicação de silano); HF 5% 20s + SIL ; ME & P - e "armazenamento" em 2 níveis (linha de base - armazenamento por 7 dias; envelhecimento armazenamento por 90 dias + 12.000 ciclos térmicos).	-----	IBM SPSS Statistic 24; ANOVA one-way e Bonferroni ( $\alpha = 0,05$ ), enquanto t testes para amostras independentes dos grupos de envelhecimento (apenas HF 5% + SIL e ME&P)	FEGMEV Microscopia de força atômica (AFM); e análise fractográfica (MO); MEV



Tabela 3 – Levantamento bibliográfico baseado em estudos de adesão em sistemas vitrocerâmicos

(continuação)

Referências	Número de amostras (Direção/geometria/dimensão)	Tipo de condicionamento (dissilicato de lítio)	Temperatura do tratamento térmico	Análise estatística	Forma de caracterização
Moreno MBP et al., 208	Placas de cerâmica ( $6 \times 10 \times 2$ mm) foram cortadas a partir de blocos CAD / CAM; Amostras polidas;	Os G1 e G2 foram condicionadas HF 20 s, enxaguados com spray de ar / água por 60 s, limpas por ultrassom em água destilada por 5 min e secos por 60 s. (1) Silano - RL (2) Silano + MDP - CP (3) Primer cerâmico autocondicionante - MB	Os blocos de DL foram cristalizados de acordo com as instruções do fabricante	teste de Friedman seguido do teste post-hoc de Wilcoxon ( $\alpha = 0,05$ ); normalidade e a homoscedasticidade foram verificadas pelos testes de Anderson-Darling e Barlett; ANOVA bidirecional seguida pelo teste post hoc de Tukey ( $\alpha = 0,05$ )	Goniômetro XPS; MEV
Murillo-Gómez F et al., 2019	72 cilindros ( $1,8 \times 1,8 \times 3,5 \pm 0,2$ mm) e 30 placas ( $4,0 \times 4,0 \times 2,0 \pm 0,5$ mm) foram cortados dos blocos CAD-CAM DL e vitrocerâmica à base de leucita	as placas de cerâmica de cada material foram distribuídos em 3 grupos ( $n = 10$ ): controle ou nenhum tratamento (C); HF 5% por 20s; MEP	Os blocos de DL foram cristalizados de acordo com as instruções do fabricante	$\mu$ TBS (ANOVA, testes post hoc de Tukey); correlação de Pearson entre rugosidade e resistência de união ( $\alpha = 0,05$ ); normalidade (teste de Anderson-Darling: $P = 0,163$ ) e homoscedasticidade (teste de Bartlett: $P = 0,328$ )	Perfil óptico Confocal; MEV (análise da interface)
Schestsatsky R et al., 2019	(40) coroas monolíticas: DL CAD / CAM; DL <sup>PRESS</sup>	2 grupos: HF 5% por 20s + Sil; MEP	as coroas foram cristalizadas em um forno Ivoclar Programat EP 5000 por 20 minutos a uma temperatura máxima de 850 °C	análise de sobrevivência (Kaplan-Meier seguida pelo teste de Mantel-Cox / log-rank) Weibull ; ANOVA One way e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ) ; (testados por Shapiro-Wilk e Levene)	Estereomicroscópio; MEV; AFM (microscopia de força atômica)

Tabela 3 – Levantamento bibliográfico baseado em estudos de adesão em sistemas vitrocerâmicos

(continuação)

Referências	Número de amostras (Direção/geometria/dimensão)	Tipo de condicionamento (dissilicato de lítio)	Temperatura do tratamento térmico	Análise estatística	Forma de caracterização
Tribst JPM <i>et al.</i> , 2019	26. Blocos cerâmicos CAD-CAM pré-fabricados de dissilicato de lítio vidro cerâmico moldados em cilindros ( $\varnothing = 10$ mm); placa de resina epóxi espessura padronizada (2,5 mm).	5 grupos : controle negativo com aplicação de silano (MN) e sem HF; (HF + silano MN); (HF + adesivo universal SU); (ME&P); (HF + silano MN + adesivo em etapas separadas PAB).	de acordo com o instruções do fabricante: temperatura de 403°C em stand-by por 6 min de aquecimento; primeira temperatura de queima (T 1 ) de 820°C, taxa de aquecimento de 90°C / min e mantida por 10 min; segundo temperatura de queima (T 2 ) de 840°C, taxa de aquecimento de 30°C / min e mantido por 7 min.	Método Dixon and Mood 10	Estereomicroscópio (50X); MEV
Dapieve KS <i>et al.</i> , 2020	discos de cerâmica ( $\varnothing = 10$ mm e espessura 1,0 mm) foram submetidos a uma simulação em laboratório de fresagem CAD / CAM	8 grupos (n = 15), PRIMER, (Monobond N); HF5% +PRIMER MBEP 20s + 40s MBEP 20s + 5min envelhecimento: armazenamento por 24 horas a 5 dias; envelhecimento: armazenamento por 90 dias +12.000 ciclos térmicos.	-----	testes de Shapiro-Wilk e Levene; ANOVA e teste post-hoc de Tukey; testes de Kaplan Meier e Mantel-Cox (Log Rank); módulo Weibull	Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo (FE-SEM)

Quando avaliado sobre a resistência ao cisalhamento, o primer cerâmico autocondicionante apresentou resultados significativamente menores de resistência com IPS e-max CAD/CAM e Vita Mark II do que os obtidos quando tratados com condicionamento com HF. Os melhores resultados de resistência de união são atribuídos em consequência do condicionamento ácido está relacionado ao aumento da área superficial e maior rugosidade da superfície. Neste estudo foi observado uma alta porcentagem de falha coesiva na cerâmica quando Vita Mark II e Vita Enamic que foram atacadas por ácido fluorídrico seguido de silano

e MBEP, em comparação com os grupos IPS emax CAD CAM, onde a maioria das falhas foi do tipo misto. Esses achados podem ser atribuídos à diferença na microestrutura do dissilicato de lítio em relação com a cerâmica de vidro feldspática, devido a melhor ligação entre o cimento resinoso e o dissilicato de lítio, além de maior resistência intrínseca a esse material. A presença de cristais longos de dissilicato de lítio demonstra maior resistência à fratura e resistência à flexão em virtude da configuração espacial de sua rede cristalina e resistência à propagação de trincas através de cristais. (EL-DAMANHOURY & GAINANTZPOULOU et al., 2018).

A resistência de união na interface de ligação cimento resinoso e cerâmica no levantamento bibliográfico realizado foi analisado através dos testes de cisalhamento e microcisalhamento, ensaios de tração e ensaio de fadiga cíclica (Tabela 4) e mostraram que o primer cerâmico autocondicionante obteve resultados semelhante de resistência de união com o protocolo de condicionamento com ácido fluorídrico mesmo apresentando suaves alterações topográficas na microestrutura da vitrocerâmica (SIQUEIRA et al., 2016; LYANN et al., 2018; MURILLO-GÓMEZ et al., 2019; SCHESTASKY et al., 2019; TRIBST et al., 2019). Outros estudos consideraram o MBEP como uma alternativa satisfatória para substituir o condicionamento com ácido fluorídrico, porém seu uso seguido de silano alcançaram melhores resultados (GUIMARÃES et al., 2018; LOPES et al., 2018; SCHERER et al., 2018; PRADO et al., 2018; DAMANHOURY et al., 2018). Desta forma, o aumento da rugosidade superficial não está diretamente relacionado ao aumento da resistência adesiva. O condicionamento com ácido fluorídrico fornece um padrão mais agressivo assim como um efeito enfraquecedor do material cerâmico (SIQUEIRA et al., 2016; MURILLO-GÓMEZ et al., 2019).

A ligação adesiva é influenciada pela energia superficial do substrato e pela molhabilidade do adesivo. Uma alta energia superficial favorece a dispersão do silano, sistema adesivo ou cimento resinoso pela superfície cerâmica e uma melhor molhabilidade de um líquido aumenta a sua capacidade de contato e afinidade ao substrato. A energia superficial depende da rugosidade e da composição química do substrato e é facilmente determinado através de medidas de ângulos de contato. O ácido fluorídrico melhora a energia superficial e a molhabilidade antes da aplicação do silano (PRADO et al., 2018; MORENO et al., 2019). A análise do ângulo de contato através de um goniômetro conectado ao computador, da superfície do dissilicato de lítio preparado com HF seguido de silano e MBEP foi mensurada em alguns estudos. Nesses estudos foram encontrados maiores ângulos de contato com o primer autocondicionante foram encontrados (PRADO et al., 2018) assim como, quando comparado com outros agentes de união para cerâmica (MORENO et al., 2019)

Tabela 4 – Síntese da literatura atual sobre ensaios mecânicos de resistência à tração ou ao cisalhamento de sistemas vitrocerâmicos

(continua)

Referências	Ensaio mecânico	Resultados dos ensaios (dissilicato de lítio)
Siqueira FSF <i>et al.</i> , 2016	Teste de micro- cisalhamento (fio ortodôntico/ 0,2 mm; v = 1mm/min); cilindro de cimento altura 0,3mm; armazenados em água destilada por 24 h a C	HF (31,2 ± 0,8); MEP (33,5 ± 1,2) (p=0,57); (97,3% - 100% mostram falhas adesivas/mistas quando HF e MEP foi usado)
Wille S <i>et al.</i> , 2017	Teste de resistência tração (v=2mm/min); cilindros de resina Ø 3,2mm divididos em 2 subgrupos (n=8) : amostras armazenadas em água - 3 dias a 37 <sup>o</sup> C e amostras armazenadas - 30 dias a 37 <sup>o</sup> C ( 7500 ciclos)	HF - 3 dias/sem termociclagem: 34,3 ± 2,0 / 30 dias/7500 termociclagem : 17,2 ± 2,4; MEP - 3dias/sem termociclagem: 33,5 ± 1,7; 30 dias , 7500 termociclagem: 20,4 ± 4,0 HF - 3 dias/sem termociclagem: 89% coesivas, 11% adesivas; 30 dias/7500 termociclagem: 61% coesivas, 39% adesivas; MEP - 3dias/sem termociclagem: 91% coesivas, 9% adesivas; 30 dias/7500 termociclagem: 65% coesivas, 35% adesivas
El-Damanhoury e Gaintantzopoulou, 2018	Teste de resistência ao cisalhamento (v = 1,0 mm/min); Amostras armazenadas em água por 37 <sup>o</sup> C por 24h e termocicladas 5 e 55 <sup>o</sup> C por 5000 ciclos, permaneceram 30 dias antes de serem testadas; Cilindros de cimento resinoso 2mm x 2mm	G1: 1,62 ± 2,0 (100% falha adesiva); G2: 27,19 ± 5,54 (30% falha adesiva; 70% falha mista); G3: 37,60 ± 10,6 (20% falha adesiva; 50% falha mista; 30% falha coesiva cerâmica); G4: 28,06 ± 10,6 ( 20% falha adesiva; 70% falha mista)
Guimarães HAB., 2018	Teste de resistência ao cisalhamento (v= 0,5mm/min); amostras armazenadas em água destilada a 37 <sup>o</sup> C por 24 h; tira de metal em torno do cilindro de cimento(3 x 3 mm) para minimizar as tensões de flexão	G1: 9,60 ± 2,5 (30% falha coesiva, 70% mista); G2: 10,22 ± 3,28 (100% coesiva); G3: 7,39 ± 2,02 (20% coesiva, 80% mista); G4: 4,28 ± 1,32 (20% adesiva, 80% mista); G5: 9,00 ± 1,97 (20% coesiva, 80% mista); G6: 6,18 ± 2,75 (90% coesiva, 10% mista)
Lopes GC <i>et al.</i> , 2018	Teste de resistência ao microcisalhamento ( v=1mm/min); Cilindro de cimento resinoso Ø 0,8mm; Fio ortodôntico Ø 0,2 mm	CON: 0,0 ± 0,0 (0% falhas); IVO: 15,0 ± 4,1 (40% adesivas, 47% mista, 13% coesiva); VIT: 8,1 ± 2,7 (33% adesiva, 67% mista); FGM: 7,6 ± 1,7 (27% adesivas, 67% mista, 6% coesivas); ULT: 8,0 ± 2,2 (34% adesivas, 60% mista, 6% coesivas); BIS: 8,6 ± 2,0 (27% adesivas, 73% mista); PRM: 8,5 ± 2,6 (14% adesivas, 80% mistas, 6% coesivas); DEN: 8,7 ± 2,8 (40% adesiva, 60% mista); MEP: 3,8 ± 1,9 ( 73% adesiva, 27% mista)

Tabela 4 – Síntese da literatura atual sobre ensaios mecânicos de resistência à tração ou ao cisalhamento de sistemas vitrocerâmicos

(continuação)

Referências	Ensaio mecânico	Resultados dos ensaios (dissilicato de lítio)
Lyann SK <i>et al.</i> , 2018	Teste de resistência à tração ( $v=2\text{mm/min}$ ); as amostras foram divididas em 5 grupos com tratamento de superfície com cimentos resinosos e testados em três diferentes tempos iniciais ( $n=10$ ): imediatamente após o armazenamento da água, após 5000 termociclos ( $5^\circ\text{C}$ a $55^\circ\text{C}$ ) e após 10.000 ciclos, com um tempo de permanência de 30 s.	CON: $7,1 \pm 0,9$ (10 adesivas); MP: $25,1 \pm 5,8$ (10 adesivas); PA $31,2 \pm 6,5$ (10 adesivas); HF: $29,1 \pm 5,2$ (4 adesivas; 4 mistas; 2 coesivas); ME: $26,1 \pm 3,9$ (10 coesivas) Valores referentes ao cimento Multilink Automix sem termociclagem; os outros resultados com os demais cimentos vide artigo
Murillo-Gómez F <i>et al.</i> , 2018	Sem ensaio mecânico	-----
Prado M <i>et al.</i> , 2018	Teste de microcisalhamento ( $v=0,5\text{ mm/min}$ ); alça de arame $\varnothing 0,2\text{ mm}$ ; Cilindros de cimento resinoso $1\text{mm}$ de altura e $\varnothing 0,96\text{ mm}$ ; Área da secção transversal $0,72\text{mm}^2$	Sem envelhecimento: HF + S : $21,2 \pm 2,1$ (80% falha adesiva; 20% mista); MEP : $10,4 \pm 2,4$ (75% adesivas; 20% mistas; 5% coesivas); Com envelhecimento: HF + S : $14,6 \pm 2,3$ (90% adesiva, 10% mista); MEP: $9 \pm 3,4$ (83% adesiva, 15% mista, 2% coesiva);
Scherer MM <i>et al.</i> , 2018	Ensaio de fadiga cíclica (250.000 pulsos de carga); carga inicial de 70% da carga monotônica média de falha (1050 N) e um tamanho de passo 5% da carga inicial (52,5 N); Uma esfera de aço inoxidável ( $\varnothing = 40\text{ mm}$ ) aplicada na carga no centro das amostras; amostras cimentadas (isto é, material análogo a dentina + cerâmica)	armazenamento por 7 dias: HF + SIL: 1305,9N, MEP: 1160,5N, SIL: 876,7N; Envelhecimento: HF + SIL: 1193,68N; MEP: 854,58N
Moreno MBP <i>et al.</i> , 2018	Sem ensaio mecânico	-----
Murillo-Gómez F <i>et al.</i> , 2019	Teste de resistência a tração (50 N, $V=1,0\text{mm/min}$ ); Cilindros de resina pré-polimerizada cimentados com cilindros de cerâmica ( $n=10$ ) divididos em dois grupos de acordo com o armazenamento (24h e 1 ano)	24h: HF + S ( $13,5 \pm 1,8$ )/ (40% A; 40% C cim; 20% mista), MEP ( $15,5 \pm 6,6$ )/ (10% A; 40% C cim; 50% M); 1 dia: HF + S ( $10,0 \pm 3,1$ )/(60% A; 20% C Cim; 20% M, MEP ( $13,4 \pm 5,3$ )/ (10% A; 20% C Cim; 70% M)
Schestsatsky R <i>et al.</i> , 2019	Teste de fadiga (valores de carga por falha de fadiga e números de ciclos de falha por fadiga)	HF + SIL : 1220 N; MEP : 1200 N
Tribst JPM <i>et al.</i> , 2019	Teste de carga de fadiga cíclica (célula carga 5KN)	MN : $1210 \pm 60$ ; HF + silano MN : $1430 \pm 265$ ; HF + adesivo universal SU 1381 $\pm 113$ ; ME&P $1750 \pm 162$ ; HF + silano MN + adesivo em etapas separadas PAB : $1462 \pm 104$ .
Dapieve KS <i>et al.</i> , 2020	Teste de fadiga	Os resultados mostraram que os grupos tiveram desempenho semelhante à fadiga na condição de linha de base (exceto MBE 20s + 5min: 940,0 N; 123.000 ciclos) PRIMER: 786,7 N; 92.333 ciclos).

### 3.6. ENSAIO DE CISALHAMENTO

Uma restauração dentro da cavidade oral é exposta a um complexo ambiente sujeito à forças mastigatórias que consistem em tensões de cisalhamento, tração, compressão e flexão. Além disso, a restauração é imersa em saliva exposta a alimentos e bebidas com vários Ph, produtos químicos entre outras condições adversas. Vários testes laboratoriais tentam simular o meio oral e com isso avaliar o desempenho clínico da ligação. No entanto, nenhum teste pode prever a capacidade de ligação cimento-resina satisfatoriamente sendo necessária uma correlação de estudos clínicos (TIAN TIAN et al., 2014; LI et al., 2014).

A força de união entre cimento resinoso e uma cerâmica pode ser medida, *in vitro*, utilizando diversos métodos, dentre estes estão o de cisalhamento, micro cisalhamento e micro tração. Esses testes se baseiam na aplicação de uma força paralela à interface de união, gerando tensão até que uma falha seja observada. Entretanto, nenhum desses testes é aceito como método universal e cada um deles apresenta suas vantagens e limitações (GORACCI et al., 2004; PIWOWARCZYK et al., 2004; PERDIGÃO et al., 2006). Tradicionalmente, uma carga é aplicada na interface entre um cilindro de cimento resinoso e a superfície da cerâmica (TIAN TIAN et al., 2014).

Efetivamente, um método usa uma lâmina de carregamento que é colocada o mais próximo possível à interface de ligação e se move paralelamente à interface ligação, gerando uma tensão localizada e concentrada na área carregada. Outro método usa um fio circundado e próximo à área de ligação para reduzir teoricamente a concentração de tensão. Foi demonstrado na análise de elementos finitos que a lâmina de carregamento causa maior concentração de tensão na área de ligação do que o efeito de carregamento do fio. O motivo é que a carga é aplicada em um ponto com a lâmina, enquanto o fio circundando a interface da amostra distribui melhor as tensões. Uma distribuição não uniforme na interface de ligação pode gerar alteração dos resultados nos valores de força de cisalhamento. Estes dois métodos de cisalhamento desenvolvem um momento fletor induzindo a tensão e compressão que conseqüentemente leva ao fracasso (TIAN TIAN et al., 2014).

A área da superfície adesiva a ser testada é diretamente proporcional ao tipo de falha obtida. Superfícies maiores costumam resultar em uma prevalência de falhas coesivas (PASHLEY et al., 1999). A secção transversal da amostra também parece influenciar a resistência de união. Phrukkanon et al., mostraram que a secção circular apresentou uma maior resistência adesiva quando comparada a secção retangular. Quanto menor a superfície do espécime, menor a área disponível para falhas, resultando em melhores valores de resistência

de união (GHASSEMIEH, 2008). Quanto maior a área de teste, menor a resistência adesiva, sendo que até 3mm os resultados são mais favoráveis para ensaios de resistência de união (ESCRIBANO et al., 2003). As dificuldades para a atingir os resultados mais próximo da realidade da resistência adesiva entre os materiais e os parâmetros previamente estudados e relatados anteriormente, nesse estudo foi desenvolvido um modelo de corpo de prova de pequenas dimensões, com área de cimentação de 2mm de diâmetro, evitando a indução de tensão.

De acordo com DeHoff, Anusavice e Wang, em 1995, o ensaio de cisalhamento com auxílio de uma alça de fio ortodôntico, ao invés de cinzel é preferível, pois ocorre uma redução na concentração de tensões próxima a interface, sob a qual é submetida uma força de tração para medir a resistência de união de um cimento resinoso à vitrocerâmica, sob diferentes condições de superfície.

Nesse contexto, o teste de resistência de união a microtração é geralmente preferido devido à distribuição uniforme do estresse na interface adesiva, limitando a ocorrência de possíveis de falhas coesivas no substrato (PASHLEY et al., 1999). Apesar de demonstrar tais vantagens, o ensaio de microtração é um método sensível, pode apresentar alta frequência de falhas prematuras, ser afetado pela velocidade de corte dos filetes, pelo formato do espécime e fragilidade do substrato (PERDIGÃO et al., 2006; SADEK et al., 2005; SANO et al., 1994). Por outro lado, o teste cisalhamento é considerado o teste mais comum e prático dentre os métodos de avaliação da resistência de união devido ao fato de não apresentar a etapa de secção do espécime, que pode introduzir micro trinca precoce em substrato frágil (GORACCI et al., 2004; PERDIGÃO et al., 2006). Neste estudo, o cisalhamento com auxílio de fio ortodôntico foi o método selecionado, uma vez que substratos cerâmicos resistentes, como o dissilicato de lítio, apresentam resistência suficiente para prevenir falhas coesivas e podem ser considerados apropriados para testar a resistência de união utilizando teste de cisalhamento.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. MATERIAIS

Os materiais utilizados neste trabalho são de origem comercial e estão listados na Tabela 5, bem como sua composição nominal e respectivo fabricante.

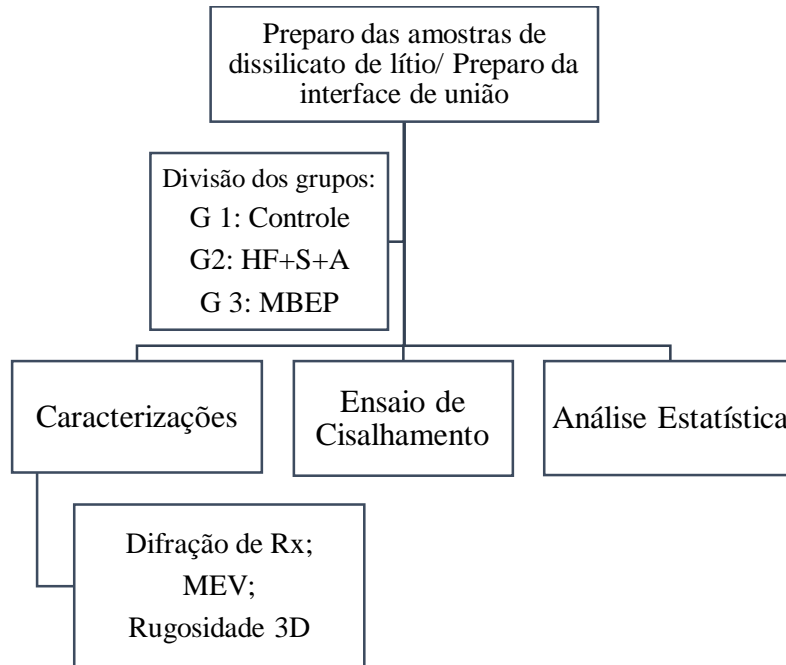
Tabela 5 – Especificações técnicas e características principais dos materiais utilizados nesse trabalho (dados dos fabricantes).

Material	Código	Composição	Modo de aplicação
IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent- Schaan, Lichtenstein)	EM	SiO <sub>2</sub> (57 a 80% em peso), Li <sub>2</sub> O (11 a 19% em peso), K <sub>2</sub> O (0 a 13% em peso), P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (0 a 11% em peso), ZrO <sub>2</sub> (0 a 8% em peso), ZnO (0 a 8% em peso), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0 a 5% em peso) MgO (0 a 5% em peso), óxidos corantes (0 a 8% em peso)	Fresagem CAD/CAM
Condac Porcelana 10% FGM, Joinville, SC, Brazil	HF	Ácido fluorídrico a 10%	Aplique na superfície cerâmica pelo tempo indicado e lave abundantemente com água
Prosil, FGM, Joinville, SC, Brazil	S	3 Metacriloxipropiltrimetoxissilano < 5%; etanol >85%; água <10%	Aplicação de uma fina camada, aguardar por 1 min. Não é necessário fotopolimerizar, apenas secar com leves jatos de ar
Allcem, FGM, Joinville, SC, Brazil	–	Pasta base: monômeros metacrílicos (como TEGDMA, BisEMA e BisGMA), canforoquinona, co-iniciadores, micropartículas de vidro de bário-alumínio-silicatos, nanopartículas de dióxido de silício, pigmentos inorgânicos e conservantes; Pasta Catalisadora: monômeros metacrílicos, peróxido de dibenzoila, estabilizantes e micropartículas de vidro de bário-alumínio-silicatos. Proporção 1:1 apresenta 62% de carga em peso	
Monobond Etch & Prime (MBEP) (Ivoclar Vivadent-Schaan, Lichtenstein)	MBEP	Butanol, trifluoreto de di-hidrogênio tetrabutilamônio, éster de ácido fosfórico metacrilado, bis (tretoetoxissilil) etano, metacrilato de silano, corante, etanol, água	Aplique ativamente na superfície da cerâmica por 20 s, deixe reagir por 40s lave com água por 30 s
Adesivo ambar, FGM, Joinville, SC, Brazil	A	Ingredientes ativos: MDP (10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato), monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, co-iniciadores e estabilizante, ingredientes inativos: carga inerte (nanopartículas de sílica) e veículo (etanol)	Com o auxílio de um microaplicador descartável, aplique Ambar na superfície interna da peça (previamente tratada) sob fricção por 30s, aguarde 15s e então aplique um leve jato de ar durante 10s. Não fotopolimerizável



## 4.2. MÉTODOS

### 4.2.1. Fluxograma da metodologia:



### 4.2.2. Preparação de amostras e divisão de grupos:

Blocos comerciais de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ), com dimensões médias de 14 x 18 x 12mm (IPS E-max CAD CAM, (Ivoclar Vivadent Schaan, Lichtenstein) foram utilizados nesse trabalho. Amostras medindo aproximadamente 10 mm x 10 mm x 3 mm, foram extraídas desses blocos, utilizando cortadeira Isomet-Buehler 1000 (Buehler - Germany). Essas amostras foram limpas em ultrassom com água destilada por 15 min e, em seguida, cristalizadas num tratamento térmico a 840 °C por 7 minutos sob vácuo, utilizando forno Ivoclar P 5000 (Ivoclar Vivadent Schaan, Lichtenstein), seguindo as recomendações do fabricante. Após o tratamento térmico, as amostras foram lixadas com lixas de SiC, e polidas com suspensão de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , utilizando politroz Aropol, (Arotec, São Paulo - Brasil) para obtenção de uma superfície plana com textura uniforme e padronizada para todos os corpos de prova.

A distribuição dos grupos e os tratamentos de superfície estão descritos na Tabela 6. As amostras foram divididas em três grupos distintos.

1) G1 - Grupo controle (n = 3): Nesse grupo de amostras encontram-se as amostras de dissilicato de lítio tratadas termicamente e polidas, sem qualquer tratamento superficial. Nas

superfícies como recebidas, foi aplicado o silano Prosil (FGM) por 1 min, e posteriormente o sistema adesivo Ambar.

2) G2 - Grupo com ataque de ácido fluorídrico (HF) a 10% (n = 3): nas superfícies polidas de dissilicato de lítio, uma solução de HF (10%) Condac Porcelana 10% (FGM – Brasil), foi aplicada (condicionada) de maneira uniforme sobre toda a superfície durante 20s, lavadas em água corrente por 30 segundos. Em seguida, foi aplicado o silano (S) Prosil (FGM- Brasil) por 1 minuto. Depois foi aplicado o adesivo (A) Ambar (FGM) por 30 segundos, seco com ar por 15 segundos a uma distância de aproximadamente 30 cm, para evaporação do solvente.

3) G3 - Grupo com ataque a partir de Monobond Etch & Prime (n = 3): As amostras polidas foram condicionadas com primer cerâmico autocondicionante (MBEP), Monobond Etch & Prime (Ivoclar- Liechestein). O primer cerâmico autocondicionante foi esfregado na superfície da cerâmica com uma microbrush por 20 s, depois deixado para reagir na superfície por mais 40 s. Em seguida, foi removido com spray de ar e água por 30s.

Tabela 6 – Grupos experimentais, segundo tratamento de superfície da cerâmica IPS e-max CAD CAM.

<b>Grupos (designação)</b>	<b>Tratamento de superfície</b>
Controle (G1)	Sem tratamento
H/S/A (G2)	Ácido fluorídrico 10% + silano + adesivo
MBEP (G3)	Monobond Etch & Prime

Antes do tratamento de superfície proposto, as amostras de dissilicato de lítio de cada grupo foram embutidas em resina acrílica autopolimerizável . No momento do embutimento, foi tomado todo cuidado, para que a resina acrílica não cobrisse a superfície da amostra, conforme Figura 5.



Figura 5 - Amostras de dissilicato de lítio embutidas em resina acrílica para ensaio de cisalhamento.

As amostras embutidas foram cobertas com silicone de adição, base pesada Express (3M), com uma espessura de aproximadamente 2 mm. Após a presa do silicone, o formato das amostras cerâmicas foi marcado no molde e utilizando um perfurador de couro, foram realizadas 4 perfurações com 2 mm de diâmetro em cada amostra cerâmica.

O molde de silicone, com as perfurações foi adaptado sobre a amostra. O cimento resinoso dual Allcem (FGM) foi dispensado sobre uma placa de vidro, manipulado, levado a uma ponta agulha da seringa centrix (DFL) e as perfurações foram preenchidas, conforme Figura 6. Após remoção dos excessos cada amostra de cerâmica, com quatro preenchimentos, foi fotopolimerizada por 40 segundos, utilizando um aparelho fotopolimerizador de LED VALO Cordless (Ultradent), no modo potência Xtra, com  $3200 \text{ mW/cm}^2$ . A seguir o molde de silicone foi recortado, com ajuda de bisturi e removido da amostra. Nova fotopolimerização por 40 segundos foi realizada sobre os pinos de cimento resinoso, com a mesma potência e aparelho fotopolimerizador. As amostras (Figura 7) foram armazenadas em umidade relativa, para realização do ensaio de resistência ao cisalhamento 24 horas após.

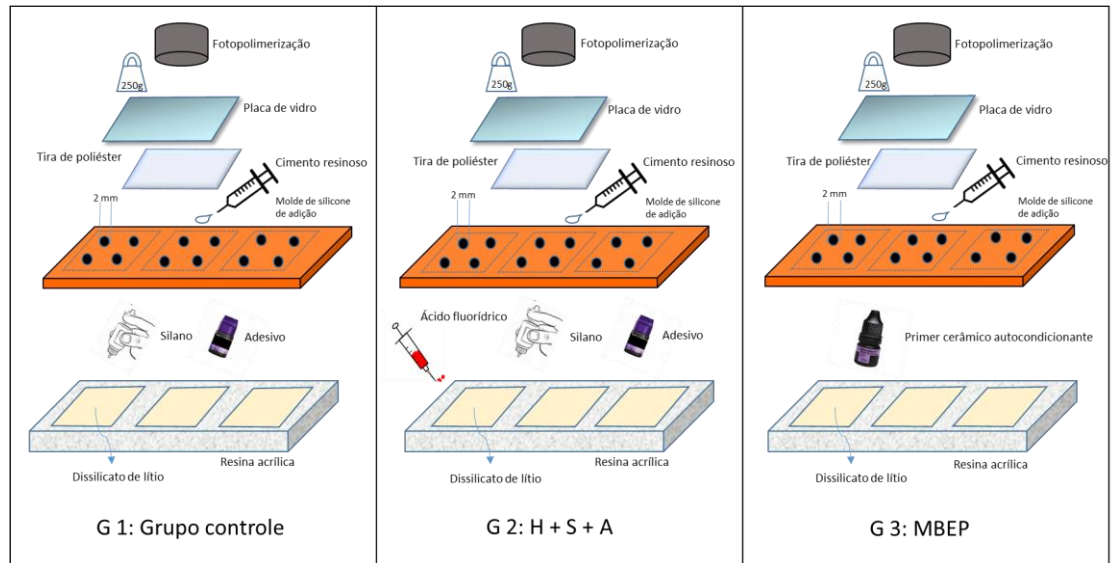


Figura 6 - Representação esquemática dos diferentes tipos de preparo das amostras de dissilicato de lítio para o ensaio de cisalhamento (Fonte: adaptado COSTA, 2018)

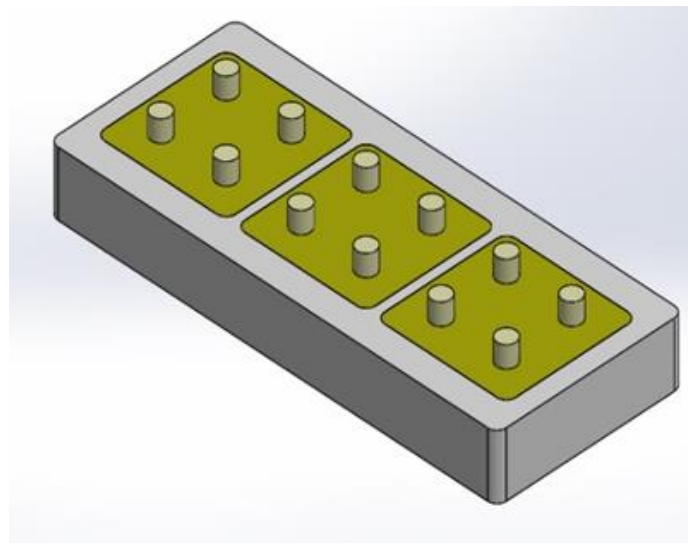


Figura 7 – Desenho esquemático da base de grupo de amostras de vitrocerâmicas de dissilicato de lítio com os pinos de cimento resinoso.

#### 4.2.3. Preparo da Interface de União

Para a análise da interface de união, as amostras (aproximadamente 10 mm x 10 mm x 3 mm) individuais cristalizadas e não embutidas em resina acrílica (n=3) de vitrocerâmicas de IPS e-max CAD CAM, Ivoclar Vivadent Schaan, Lichtenstein) foram unidas a pastilhas de resina composta (Filtek Z350 XT 3M ESPE) confeccionadas (aproximadamente 10 mm x 10 mm x 3 mm). Cada amostra (n=3) de vitrocerâmica recebeu tratamento de superfície de acordo com a distribuição dos grupos e os tratamentos de superfície descritos na Tabela 6. O grupo

1(controle) não houve condicionamento de superfície, sendo aplicado silano Prosil (FGM), e posteriormente o sistema adesivo Ambar. No grupo 2, tratamento de superfície com HF (10%) Condac Porcelana FGM, seguido da aplicação de silano Prosil (FGM), e posteriormente o sistema adesivo Ambar. Enquanto, o grupo 3 foi aplicado o primer cerâmico autocondicionante.

Uma fina camada do cimento resinoso dual Allcem (FGM) foi aplicado sobre as amostras preparadas e cimentadas a pastilha de resina composta, com carga de cimentação (1kgf). O excesso de cimento foi removido com micropincel descartável e a fotoativação foi realizada por 40 segundos em cada face, com ativação final de 1 minuto. Após armazenagem por 24 horas, as amostras foram cortadas perpendicularmente à interface de união, utilizando cortadeira Isomet-Buehler 1000 (Buehler – Germany). As superfícies seccionadas foram lixadas com lixas de SiC, e polidas com suspensão de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, utilizando politroz Aropol, (Arotec, São Paulo - Brasil) para obtenção de uma superfície plana com textura uniforme e padronizada. Após o polimento, as amostras foram cobertas com liga de ouro-paládio e analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (EVO MA 10, Carl ZEISS).

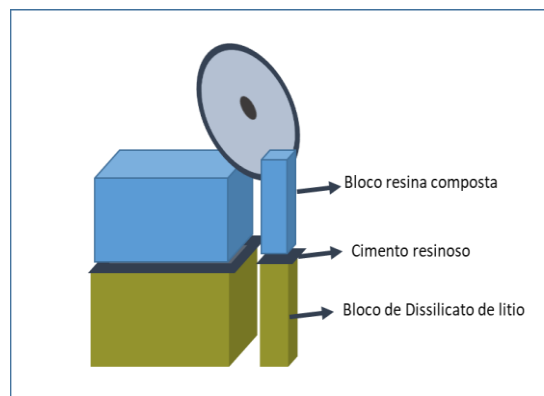


Figura 8 - Desenho esquemático do conjunto bloco dissilicato de lítio, cimento resinoso e resina composta

#### 4.2.4. Ensaio de Cisalhamento

O teste de cisalhamento utilizando uma alça de fio ortodôntico resulta em uma redução na concentração de tensões próxima a interface, a qual é submetida a uma força de tração, tornando-se possível assim avaliar a resistência de união de um cimento resinoso à vitrocerâmica, sob diferentes condições de superfície (DeHOFF et al, 1995; ANUSAVICE et al., 2013).

Para o ensaio de cisalhamento foi utilizada uma máquina universal para ensaios mecânicos EMIC DL10000, com célula de carga de 20 kgf: a base de grupo de amostras condicionadas de diferentes formas, foram fixadas na parte inferior da máquina de ensaio, por intermédio de uma garra auto travante por efeito de alavanca, conforme Figuras 9 e 10. Na parte

superior da máquina de ensaio será utilizada uma garra de aperto pneumático para ensaios de tração em fios, por onde passará um fio comercial de NiCr (Morelli) com diâmetro nominal de 0,3 mm, na forma de uma alça, conforme esquema apresentado nas Figuras 11 e 12 contornando o cilindro de cimento resinoso, junto à superfície de cerâmica.



Figura 9 – Ensaio de cisalhamento: (a) Máquina universal para ensaios mecânicos EMIC DL10000; (b) Ensaio de cisalhamento em andamento de amostras de dissilicato de lítio ligados ao dispositivo de tração por um fio ortodôntico

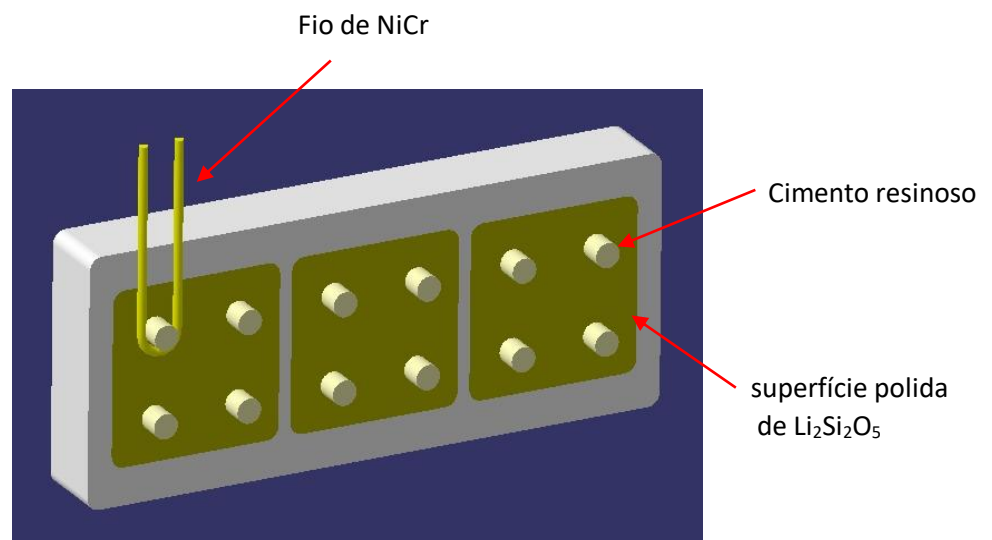


Figura 10 - Demonstração do fio NiCr posicionado para o ensaio de cisalhamento

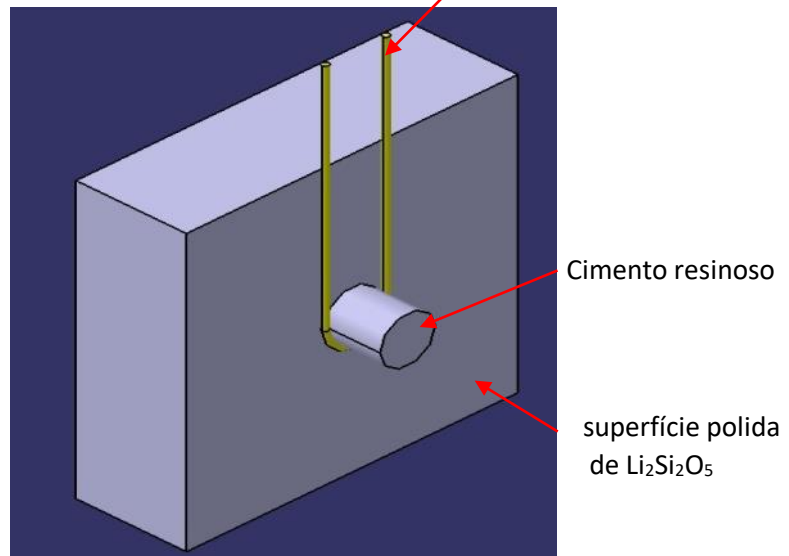


Figura 11 - Desenho esquemático do ensaio de cisalhamento com fio de NiCr.

Após a montagem do sistema, o fio foi tracionado, até alcançar uma tensão mínima para permitir seu alinhamento com todo o sistema utilizado nos ensaios. A partir daí, com uma velocidade constante de deslocamento de 0,5mm / min, a carga foi aumentada, até a ruptura da união adesiva de cada pino ensaiado. A carga máxima do cilindro de material resinoso foi registrada em Newton (N) e tensão de cisalhamento calculada em MPa.

#### 4.2.5. Rugosidade Superficial

Após o polimento das amostras de dissilicato de lítio, e os diferentes ataques químicos superficiais, os diversos lotes produzidos ( $n = 12/\text{grupo}$ ) foram submetidos ao ensaio de rugosidade superficial utilizando equipamento Zygo New View 7100 (ZYGO California, USA), no laboratório do Instituto Militar de Engenharia (IME), mostrado na Figura 12. Foram utilizados neste trabalho os parâmetros de rugosidades  $R_a$  e  $R_z$ , além dos picos e vales médios. O ensaio foi conduzido de acordo com as recomendações da norma ISO 4288:2008 (ABNT, 2008) que descreve as regras e procedimentos para avaliação de rugosidade, e da norma ISO 4287:2002 (ABNT, 2002), que descreve os termos, definições e parâmetros da rugosidade.



Figura 12- Equipamento Zygo New View 7100 utilizado para ensaio de rugosidade superficial

#### 4.2.6. Caracterizações

As análises de difração de raios X das amostras de silicato de lítio como recebidas e após tratamento térmico, foram realizadas utilizando difratômetro modelo XRD-6100 (SHIMADZU Corp. Japan). As amostras foram fragmentadas (tamanho de partícula < 32 $\mu$ m), e analisadas utilizando os seguintes parâmetros: radiação Cu-K $\alpha$  com intervalo 2 $\theta$  entre 20 and 90°, largura de passo de 0.05° e tempo de contagem 5s por passo. Os padrões de DRX foram comparados com os padrões do software Crystallographica Search-Match (Oxford Cryosystems). A quantificação de fases foi realizada utilizando refinamento de Rietveld, em software FullProf Suite 3.0. Nos cálculos, foi adotada uma forma dos picos do tipo pseudo-Voigt type. O percentual de cada fase cristalina presente nos materiais estudados, foi calculado utilizando a Equação (1) (HILL & HOWARD, 1987).

$$W_p = \frac{S_p \cdot (Z \cdot M \cdot V)}{\sum_{i=1}^n S_i \cdot (Z \cdot M \cdot V)} \cdot 100 \quad (1)$$

onde,  $W_p$ = porcentagem (% em peso) onde fase "p" na mistura das fases "n"; S= fator de escala Rietveld; Z=número de fórmulas por unidade de célula; M=massa de cada fórmula; V=valor da célula unitária.



#### 4.2.7. Análise estatística

O teste ANOVA unidirecional foi usado para analisar as propriedades mecânicas, seguida do teste post hoc de Tukey Honestly Significant Difference (HSD) ( $\alpha = 0,05$ ) foi aplicado para determinar a diferença entre as médias de rugosidade e resistência ao cisalhamento. A análise estatística foi realizada com o software ASSISTAT (versão 7.7beta).

A avaliação estatística complementar da resistência ao cisalhamento foi realizada usando a estatística de Weibull (QUINN & QUINN 2010). A função de distribuição bi-parametrizada de Weibull foi utilizada de acordo com a Equação (2). Os parâmetros Weibull  $\sigma_0$  são obtidos transformando a equação 2 em equação 3 e plotando:

$$P = 1 - \exp \left\{ \left[ -\frac{\sigma}{\sigma_0} \right]^m \right\} \quad (2)$$

$$\ln \ln \left[ \frac{1}{\left( \frac{1}{P} \right)} \right] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (3)$$

Onde: P - probabilidade de falha; m - módulo Weibull;  $\sigma_0$  - tensão característica (MPa);  $\sigma$  - resistência média à flexão (MPa).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Caracterizações dos substratos de dissilicato de lítio

Na Figura 13 são apresentados os resultados de difração de raios-X, das amostras de dissilicato de lítio antes e após os tratamentos térmicos de cristalização. Os percentuais das fases são apresentados na Figura 14. Os blocos de dissilicato de lítio no estado como recebido, apresentaram 38,6% de metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ), pequenos percentuais de  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  e  $\text{SiO}_2$  e uma considerável quantidade da fase amorfa vítrea (54,5%). A fase amorfa é representada pelo halo observado no padrão DRX, Figura 13(a). Após tratamento térmico, Figura 13(b), o percentual de  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  aumentou para aproximadamente 72,6% com a presença de 5,6% de  $\text{Li}_2\text{SiO}_3$  e a fase vítrea amorfa diminuiu para 23,2% da composição de fases.

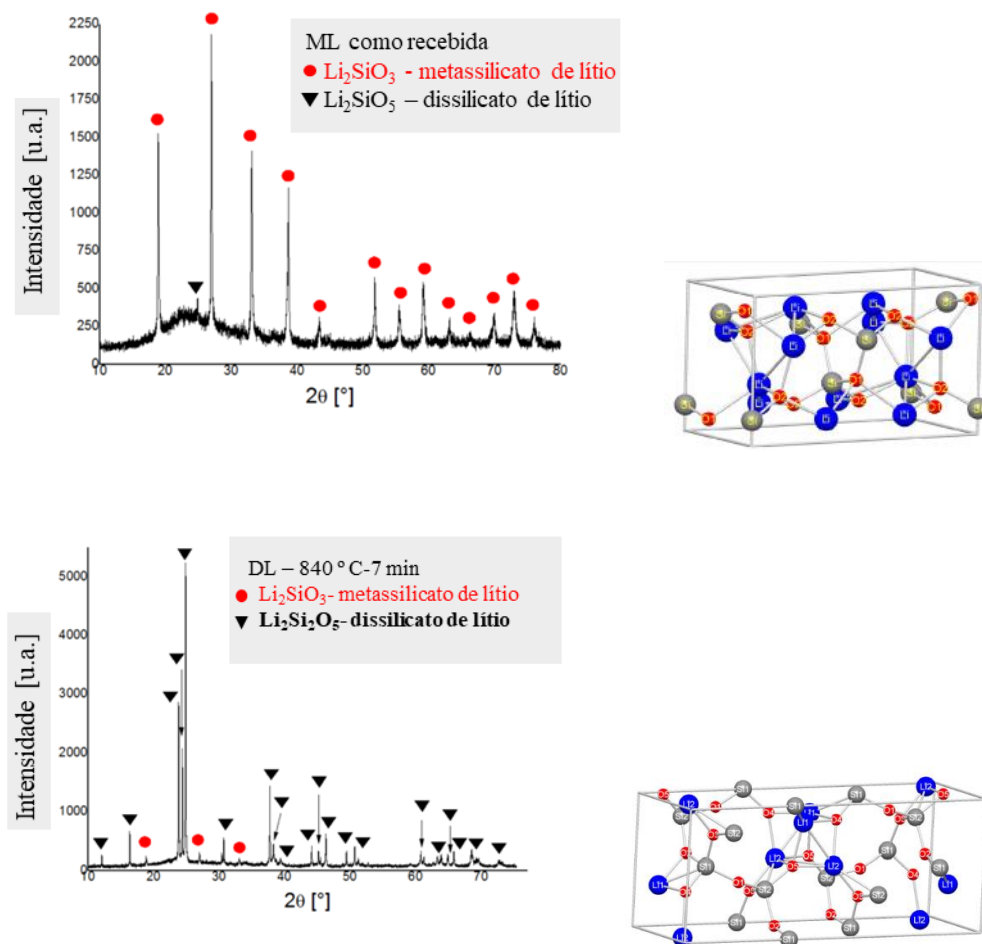


Figure 13. Padrão observado x ICDD, a) célula unitária de  $\text{Li}_2\text{SiO}_3$  e gráfico de refinamento de Rietveld; b) Padrão observado x ICDD, célula unitária  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  e gráfico de refinamento de Rietveld.

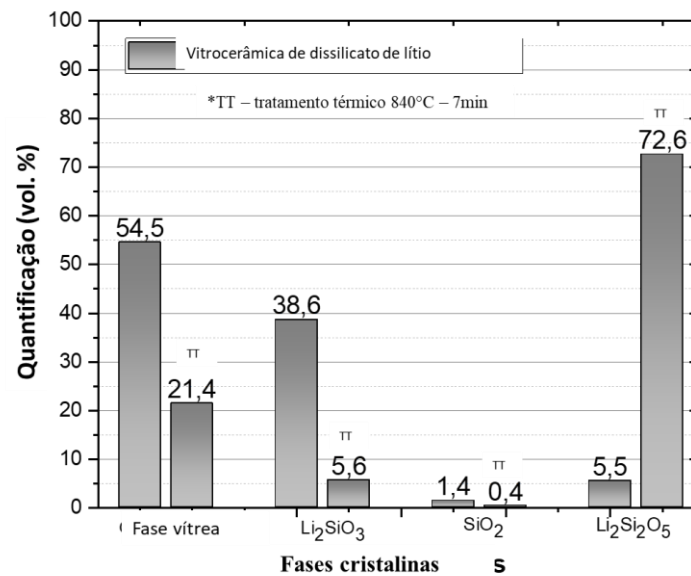
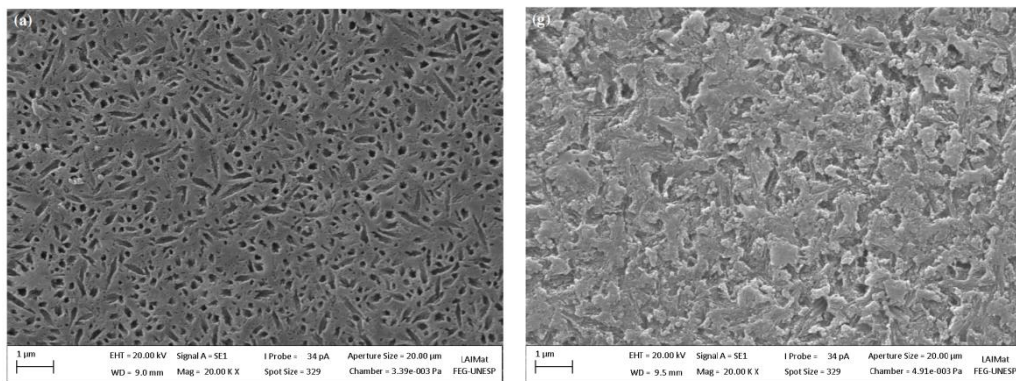


Figure 14. Análise quantitativa de fase da vitrocerâmica de silicato de lítio, conforme recebida e tratada termicamente (TT) à 840 ° C - 7 min.

Observa-se na Figura 15, micrografias típicas das superfícies do dissilicato de lítio antes e após tratamento térmico. Observa-se na Figura 15a, a presença de grande percentual de fase amorfa envolvida por cristais equiaxiais de metassilicato de lítio,  $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ . As morfologias observadas estão coerentes com as análises de difração de raios-X. Após tratamento térmico, pode-se identificar na Figura 15(b) a presença de grãos alongados e entrelaçados de  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  circundados pela fase amorfa residual parcialmente extraídas pelo ataque químico utilizado para revelação microestrutural.



(a)

(b)

Figura 15 - Morfologias das amostras de dissilicato de lítio. (a) antes do tratamento térmico; (b) após o tratamento térmico a 840°C- 7min.

Na Tabela 7 e na Figura 16, são apresentados os resultados dos testes de rugosidade das amostras de silicato de lítio, antes e após os diferentes condicionamentos da superfície. Na Tabela 7 são discriminados os valores médios dos parâmetros de rugosidade ( $R_a$ ), variação entre o valor máximo de pico e valor mínimo do vale (PV) das amostras de vitrocerâmicas de dissilicato de lítio para o grupo controle, sem ataque superficial (G1), após condicionamento com ácido fluorídrico (G2) e pré-tratamento com Monobond Ecth & Prime (G3).

Tabela 7: Parâmetros da rugosidade da superfície ( $R_a$ ), (PV) e ( $R_z$ ) das amostras de dissilicato de lítio para grupo controle - nenhum tratamento (G1), condicionamento por ácido fluorídrico (G2) e pré-tratamento com Monobond Etch and Prime (G3).

Grupos		<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>PV (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Rz (nm)</b>
G 1	1	0.017	0.249	179.18
	2	0.022	1.062	355.00
	3	0.016	0.289	186.88
	4	0.022	1.386	423.35
<b>MÉDIA</b>		<b>0, 019 <math>\pm</math> 0.003</b>	<b>0, 746 <math>\pm</math> 0.762</b>	<b>286, 10 <math>\pm</math>122.28</b>
G2	1	0.770	23.662	10727.55
	2	0.844	11.707	7911.82
	3	0.674	9.978	7335.15
	4	0.077	6.087	4383.82
<b>MÉDIA</b>		<b>0, 591 <math>\pm</math>0.35</b>	<b>12, 863 <math>\pm</math>7.57</b>	<b>7589, 585 <math>\pm</math>2600.79</b>
G3	1	0.017	0.634	409.84
	2	0.016	0.454	313.61
	3	0.017	0.569	393.37
	4	0.022	0.523	433.96
<b>MEDIA</b>		<b>0, 018 <math>\pm</math>0.003</b>	<b>0, 545 <math>\pm</math>0.075</b>	<b>387,69 <math>\pm</math>51.127</b>

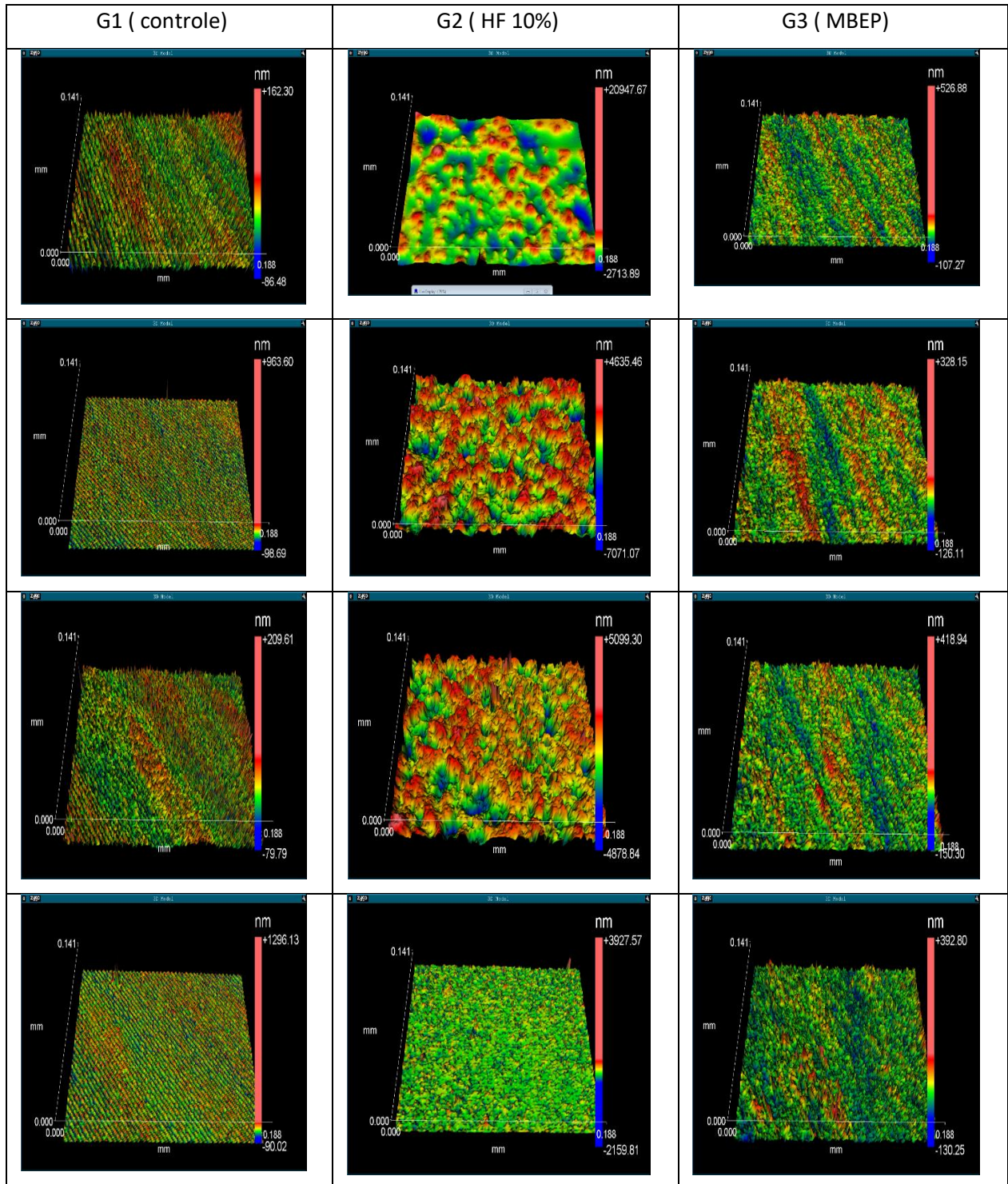


Figura 16. Perfil de rugosidade 3D das amostras de dissilicato de lítio/: Esquerda, grupo controle - nenhum tratamento (G1), meio, condicionamento por ácido fluorídrico (G2) e direita - pré-tratamento com Monobond Etch and Prime (G3).

A análise da rugosidade 3D, representada pela Figura 16, demonstrou que os protocolos de tratamento de superfície da vitrocerâmica de dissilicato de lítio, com condicionamento ácido (G2) e primer cerâmico autocondicionante (G3) alteraram a morfologia em relação ao grupo controle (G1). As amostras de dissilicato de lítio

condicionadas com ácido fluorídrico apresentam superfície com morfologia heterogênea, com nítidas variações topográficas, com vários picos e vales. Enquanto amostra após o pré-tratamento de superfície com primer autocondicionante apresentou morfologia homogênea, assim como o grupo controle. O condicionamento da superfície com ácido fluorídrico (G2) resultou em maiores valores médios de rugosidade superficial  $Ra = 0,591 \pm 0,35 \mu\text{m}$ ,  $PV = 12,863 \pm 7,576 \mu\text{m}$  e  $Rz = \pm 7,58 \pm 2,6 \mu\text{m}$  em comparação ao tratamento com MBEP (G3)  $Ra = 0,02 \pm 0,003 \mu\text{m}$ ,  $PV = 0,545 \pm 0,07 \mu\text{m}$  e  $Rz = 0,387 \pm 0,005 \mu\text{m}$ . O condicionamento com ácido fluorídrico aumentou os valores dos parâmetros da rugosidade. As microporosidades foram observadas no pré-tratamento com primer autocondicionante demonstrando um padrão de ataque mais brando e uniforme que o ácido fluorídrico.

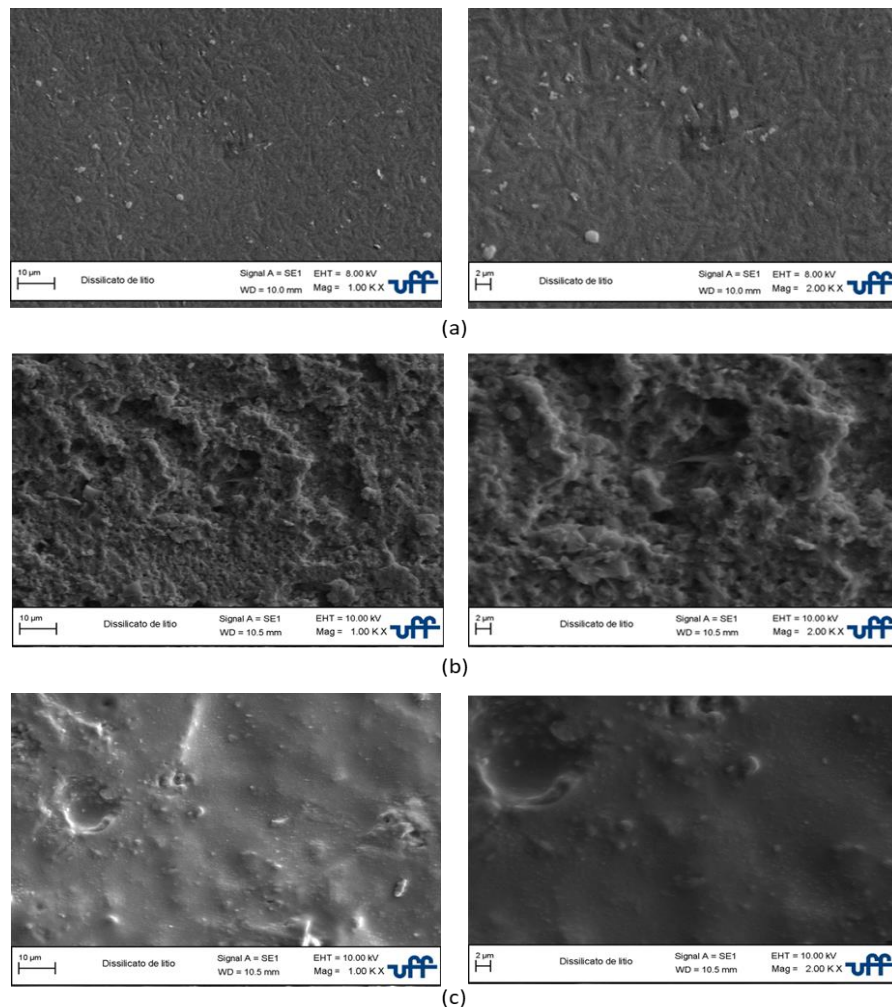


Figura 17 - Morfologia da superfície do dissilicato de lítio: a) sem tratamento de superfície (G1); b) após condicionamento com ácido fluorídrico (G2); c), após condicionamento com primer cerâmico autocondicionante (G3).

A Figura 17 apresenta as microfotografias representativas das superfícies de dissilicato de lítio no grupo controle e submetidas a diferentes condicionamentos, com HF ou MBEP. Os

aspectos morfológicos são condizentes com os resultados da rugosidade 3D apresentados na Figura 16, ou seja, superfícies tratadas com MBEP apresentam ligeira alteração topográfica, condicionamento mais raso e menos pronunciado enquanto superfícies tratadas com HF são rugosas e profundamente irregulares.

O efeito do condicionamento com ácido fluorídrico mostra dissolução severa da matriz vítrea da cerâmica expondo os cristais de dissilicato de lítio deixando a superfície rugosa e irregular propícia para a cimentação. Nesse trabalho, foi realizado ataque ácido a 10% por 20s, e subsequente remoção com jato de água, porém pequenos incrementos no tempo de ataque e na concentração do ácido fluorídrico podem promover mudanças significativas na microestrutura da vitrocerâmica, enfraquecendo e diminuindo seu desempenho clínico. Como observado nas imagens (Figura 16 e 17) o padrão de dissolução da fase vítrea com o tratamento com HF é irregular e agressivo, conforme descrito na literatura (PRADO et al., 2018; WILLE et al., 2017; TRIBST et al., 2018; EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU, 2018), porém promove o aumento da superfície de contato que favorece a adesão.

O tratamento de superfície com o uso do primer cerâmico autocondicionante de uma etapa, demonstra padrão de condicionamento suave e valores de rugosidades mais baixos, onde a dissolução da matriz vítrea do dissilicato de lítio é uniforme (Figura 16 e 17). Esta condição é atribuída ao agente condicionador diferente do ácido fluorídrico. O trifluoreto de dihidrogênio e tetrabutylamônio presente no MBEP é um composto ácido utilizado na indústria para condicionar superfícies à base de sílica com potencial mais brando que o HF (MURILLO-GÓMEZ et al., 2019; EL-DAMANHOURY & GAINANTZOPOULOU et al., 2018; SIQUEIRA et al., 2016). O aumento da rugosidade criado nas superfícies cerâmicas não se relaciona a altos valores de resistência de união (MURILLO-GÓMEZ et al., 2019; SIQUEIRA et al., 2016) e pode comprometer as propriedades mecânicas de materiais vítreos (SCHESTATSKY et al., 2019). Os efeitos promissores ou danos nas restaurações adesivas com o aumento da rugosidade é determinado pela capacidade do cimento de preencher e interagir com os defeitos de superfície criados na cerâmica dentária. As regiões não preenchidas favorecem a concentração de tensões desencadeando alterações no desempenho mecânico do conjunto estrutura dental/restauração, facilitando a falha (SCHESTATSKY et al., 2019; SHERER et al., 2018; TRIBST et al., 2018).

Os resultados mostrados na Tabela 7, em relação ao MBEP mostram que esse tratamento de superfície gera vales com menor profundidade do que o condicionamento com ácido fluorídrico e possivelmente menor região de concentração de tensão como encontrado

nos estudos de TRIBST et al., 2019 os quais obtiveram melhor desempenho mecânico sob carregamento cíclico da cerâmica dissilicato de lítio com o uso de primer autocondicionante. Do ponto de vista prático, o MBEP constitui uma alternativa simplificada de tratamento de superfície das vitrocerâmicas que causa menos danos na microestrutura das restaurações adesivas gerando um embricamento mecânico adequado e resistência adesiva suficiente, reduzindo o risco de acidentes na manipulação para o cirurgião dentista e equipe.

O protocolo de tratamento de superfície convencional inclui além do ataque ácido, o processo de silanização. Os silanos são mediadores e fornecem resistências estáveis e altas entre o cimento resinoso e a vitrocerâmica. O silano usado nesse trabalho é o  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxissilano, uma molécula bifuncional com grupo organofuncional contendo metacrilato de metila que copolimeriza com os cimentos resinosos e os grupos alcoxi hidrolisáveis (silanol) que reage com Si-OH na superfície cerâmica (MATINLINNA et al., 2018). Esse último grupo sofre uma reação de condensação com as hidroxilas presente na fase amorfa residual na vitrocerâmica, liberando água e subprodutos. O  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxissilano forma ligações siloxano resultando em uma camada tridimensional reticulada. A formação dessa camada propicia a adesão dos cimentos resinosos (AGUIAR et al., 2016; MORENO et al., 2019).

A ligação adesiva depende das irregularidades criadas pelo condicionamento ácido que alteram a topografia da superfície cerâmica aumentando a energia superficial livre e favorecendo a dispersão do silano e cimento resinoso. Esse aumento de energia faz com que os átomos da superfície se liguem a outros para atingir menor estado de energia. As moléculas  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxissilano presentes no silano se ligam aos grupos hidroxila na cerâmica, reduzindo a energia superficial (MORENO et al., 2019). De acordo com Prado et al. (2018), a limpeza com água e a secagem com ar após a aplicação do MBEP, deixa uma fina camada de silano superfície da cerâmica, promovendo a remoção do polifluoreto de amônio e os subprodutos da reação formando as ligações siloxano, determinantes para união química com a cerâmica.



## 5.2. Resistência ao cisalhamento e análises estatísticas

Os resultados de resistência a cisalhamento e a análise estatística dos resultados são apresentados nas Tabelas 8 e 9, respectivamente. As distribuições de Weibull para os ensaios de cisalhamento são representadas na Figura 18.

Tabela 8 – Resultados de resistência ao cisalhamento dos grupos estudados

Resistência ao cisalhamento (MPa)	Grupo 1 - controle	Grupo 2 - HF	Grupo 3 - MBEP
	5, 31 ± 0, 94	24, 25±1, 21	24, 80±1, 82

Tabela 9 - Análise estatística dos resultados de resistência ao cisalhamento dos diferentes grupos de condicionamento, utilizando ANOVA e teste de Turkey

Fontes de variação	GL	SQ	QM
Tratamentos	2	29.5 e <sup>+02</sup>	14.8 e <sup>+02</sup>
Erro	33	62,151	1,883
F=	784,1889		
(p)=	<0.0001		
Média (HF)=	24,2489		
Média (MBEP)=	24,7963		
Média (Controle)=	5,3132		
Turkey	Diferença	Q	(p)
Médias (1 e 2)	0,5473	1,3816	ns
Médias (1 e 3)	18,9358	47,7977	<0,01
Médias (2 e 3)	19,4831	49,1793	<0,01
Kruskal Wallis	Resultados		
H=	24,0516		
Graus de liberdade=	2		

(p) Kruskal Wallis=	<0.0001			
R 1=	272,5			
R 2=	315,5			
R 3=	78			
R 1 (posto médio)=	22,7083			
R 2 (posto médio)=	26,2917			
R 3 (posto médio)=	6,5			
Comparações (método Dunn)	Dif. postos	Z calculado	Z crítico	p
Postos médios ( 1 e 2)	3,5833	0,8331	2,394	Ns
Postos médios ( 1 e 3)	16,2083	3,7684	2,394	0,05
Postos médios ( 2 e 3)	19,7917	4,6015	2,394	0,05

Os grupos G1, G2 e G3 apresentaram resistência ao cisalhamento de  $5,3 \pm 0,9$  MPa,  $24,25 \pm 1,2$ MPa e  $24,8 \pm 1,8$  MPa, respectivamente. A análise estatística mostrou que não há diferença significativa entre os grupos G2 e G3. Por outro lado, esses grupos possuem diferenças significativas de resistência ao cisalhamento em relação ao grupo G1. Os módulos de Weibull (Figura 18) do grupo G2 ( $m_{G2} = 19$ ) e G3 ( $m_{G3} = 13$ ) foram superiores ao grupo controle G1 ( $m_{G1} = 6$ ). O menor valor do módulo de Weibull do grupo controle, sem tratamento de superfície (G1) indica maior dispersão da resistência ao cisalhamento, associada à morfologia heterogênea.

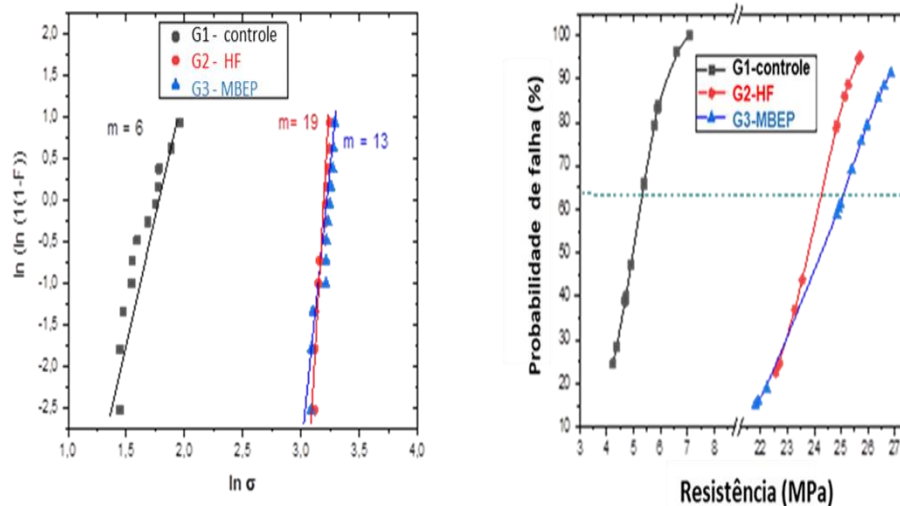


Figura 18 - Diagrama de Weibull e probabilidade de falhas em diferentes grupos de condicionamento

A alteração na topografia e aumento da rugosidade da superfície do material cerâmico, causados pelo tratamento superficial com HF a 10%, aumentam o embricamento micro

mecânico e conseqüentemente a resistência de união entre o agente cimentante e o material restaurador vitrocerâmico. Entretanto, o primer cerâmico autocondicionante apresenta potencial de promover alterações na superfície da amostra de dissilicato de lítio promovendo resistência de união semelhante ao grupo 2 mesmo apresentando um padrão de condicionamento menos pronunciado.

Os resultados do teste de cisalhamento nesse estudo revelam aumento da resistência de união no tratamento de superfície com condicionamento ácido (HF) e com o primer autocondicionante em relação ao grupo controle. O grupo controle consistiu apenas na aplicação de silano obteve resultados inferiores no ensaio de cisalhamento pois não houve ligação química efetiva ao cimento resinoso devido à ausência de condicionamento ácido. Nessas condições não se observou embricamento mecânico (Figura 19). O aumento dos valores de resistência de união com o ácido fluorídrico é atribuído ao aumento de energia superficial decorrente das irregularidades criadas na superfície após o condicionamento, condição esta, padrão para o tratamento das vitrocerâmicas. O Primer cerâmico autocondicionante age condicionando e silanizando simultaneamente. Neste estudo, o MBEP exibe valores de resistência de união estatisticamente semelhante ao método convencional, condicionamento com ácido fluorídrico.

Apesar dos resultados de resistência ao cisalhamento serem estatisticamente similares para os grupos G2 e G3, com valores médios de 24,25 MPa e 24,796 MPa respectivamente, a estatística de Weibull revela diferentes valores de módulo de Weibull para os três grupos de superfícies estudadas, Figura 18. Enquanto o grupo sem condicionamento, G1 apresenta módulo de Weibull  $m = 6$ , que denota espalhamento de resultados, e é coerente com a falta de uma camada adesiva uniforme, os grupos G2 e G3 apresentam módulo de Weibull de  $m=19$  e  $m = 13$ , respectivamente. A diferença em termos da confiabilidade e espalhamento dos resultados revela que o grupo de amostras atacadas com HF tem menor variação de resultados, justificada pela eficiente criação de rugosidade superficial, aumento da área superficial decorrente da maior dissolução da fase vítrea, permitindo maior molhabilidade do silano que preenche as rugosidades e promove uma camada superficial homogênea que propicia uma perfeita interação com o cimento resinoso. Assim menores variações são observadas.

A combinação de ácido e silano em um único frasco traz grandes vantagens como economia de tempo, minimização dos riscos de manipulação e diminui o efeito enfraquecedor na cerâmica devido à ação do polifluoreto de amônio que promove uma dissolução menos severa da porção vítrea da cerâmica, ao mesmo tempo que silaniza "in situ" a superfície

condicionada. (SIQUEIRA et al., 2016; PRADO et al., 2018; MURILLO- GÓMEZ et al., 2019; MORENO et al., 2019; TRIBST et al., 2019).

De acordo com Moreno et al. (2019), foram obtidos resultados favoráveis com o uso do MBEP. O primer cerâmico apresentou capacidade de transformar a superfície hidrofílica da cerâmica em um substrato hidrofóbico com menor energia de superfície. A remoção de contaminantes aumenta a reticulação na camada de silano e a quantidade de sítios de ligação reativos disponíveis na cerâmica. O MBEP produziu uma camada de silano altamente hidrofóbica que favorece a estabilidade hidrolítica da interface cimento-resina, forma ligações siloxano com a superfície cerâmica do dissilicato de lítio e melhora a penetração do cimento resinoso promovendo o intertravamento mecânico. Porém este estudo não realizou nenhum teste mecânico. A análise da interface de união nos estudos in vitro realizados por Murillo-Gómez et al (2019) através da resistência de união à microtração mostrou desempenho semelhante do MBEP com o condicionamento ácido. Os autores atribuem essa similar eficácia ao silano contido no MBEP que forma uma camada resistente à água proporcionando ligação química entre a porção vítrea e o cimento resinoso. A etapa de limpeza do primer de única etapa parece ter removido os contaminantes deixados pelo ácido na superfície melhor que o jato de ar após a aplicação do silano separadamente no protocolo padrão pois devido a afinidade química, a água eliminaria tais subprodutos.

As Figuras 19 a 21 mostram a interface de união cimento resinoso e o dissilicato de lítio. Observa-se na Figura 19, grupo controle, a presença de espaços vazios na interface de união entre cimento resinoso e a cerâmica dissilicato de lítio onde não houve penetração do cimento resinoso devido ausência de condicionamento ácido (G1). Por outro lado, as Figuras 20 e 21, mostram uma camada homogênea na interface cimento-vitrocerâmica quando usado ácido fluorídrico seguido de silano (G2) e primer cerâmico autocondicionante (G3), respectivamente.

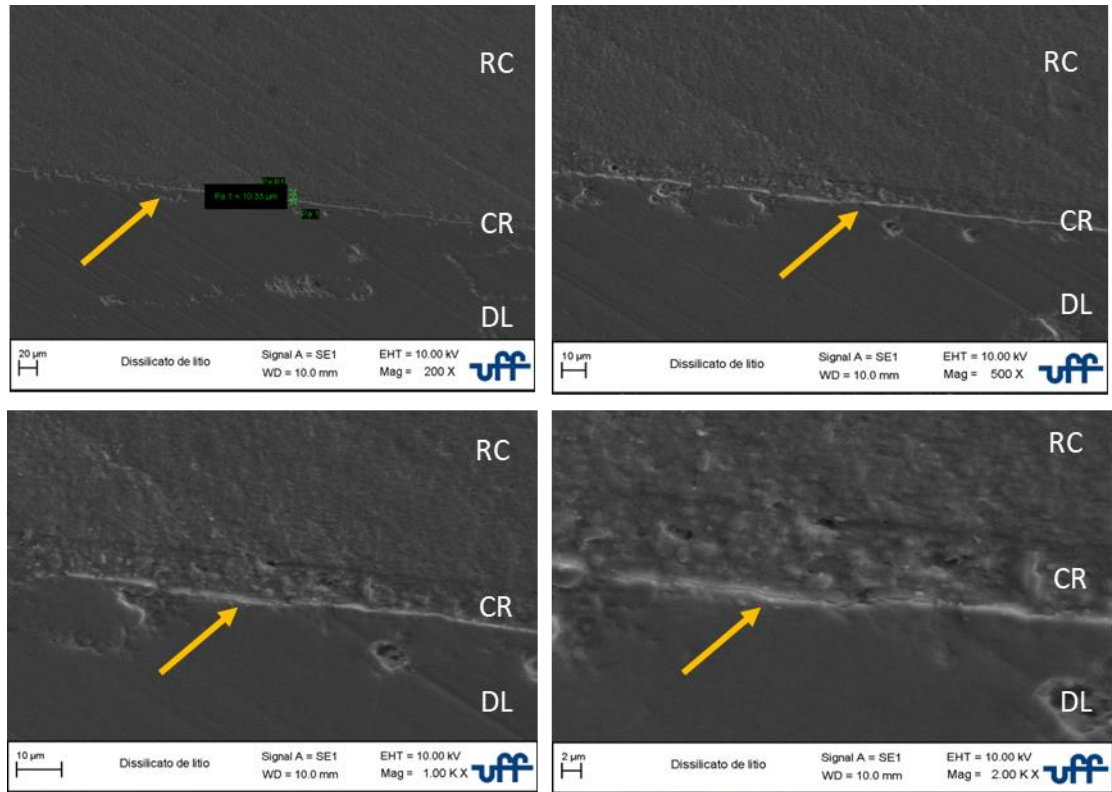


Figura 19 - Micrografia da seção transversal da interface de união (dissilicato de lítio). RC: resina composta; CR: cimento resinoso; DL: dissilicato de lítio. As figuras mostram incompleta penetração do cimento resinoso na superfície do dissilicato de lítio quando não houve condicionamento com ácido fluorídrico, grupo 1 (seta amarela).

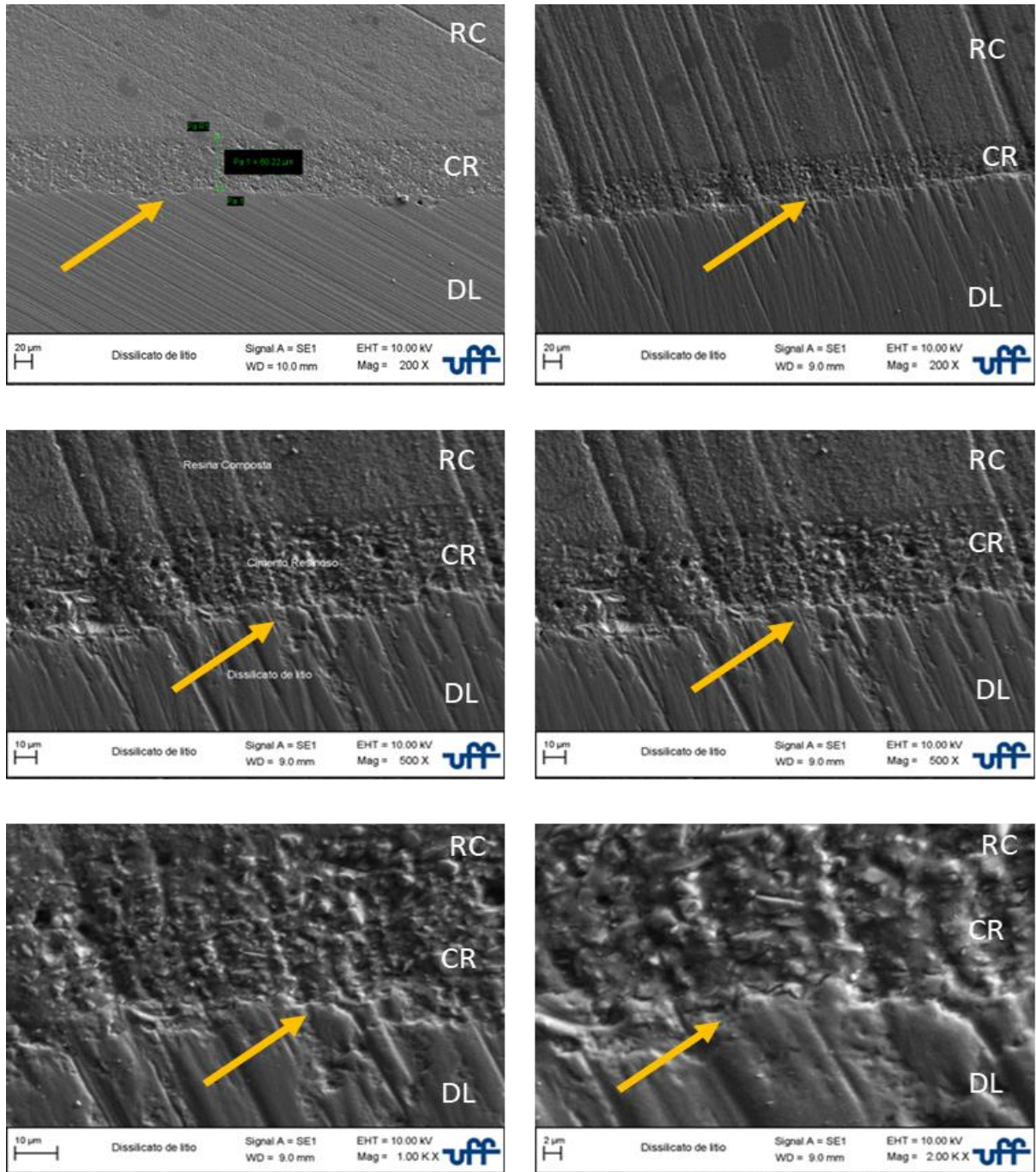


Figura 20 - Micrografia da seção transversal da interface de união (dissilicato de lítio). RC: resina composta; CR: cimento resinoso; DL: dissilicato de lítio. As figuras mostram completa penetração do cimento resinoso na superfície do dissilicato de lítio nas irregularidades criadas pelo ácido fluorídrico, grupo 2 (seta amarela). Observa-se o embricamento mecânico do cimento resinoso com a superfície da vitrocerâmica de dissilicato de lítio.

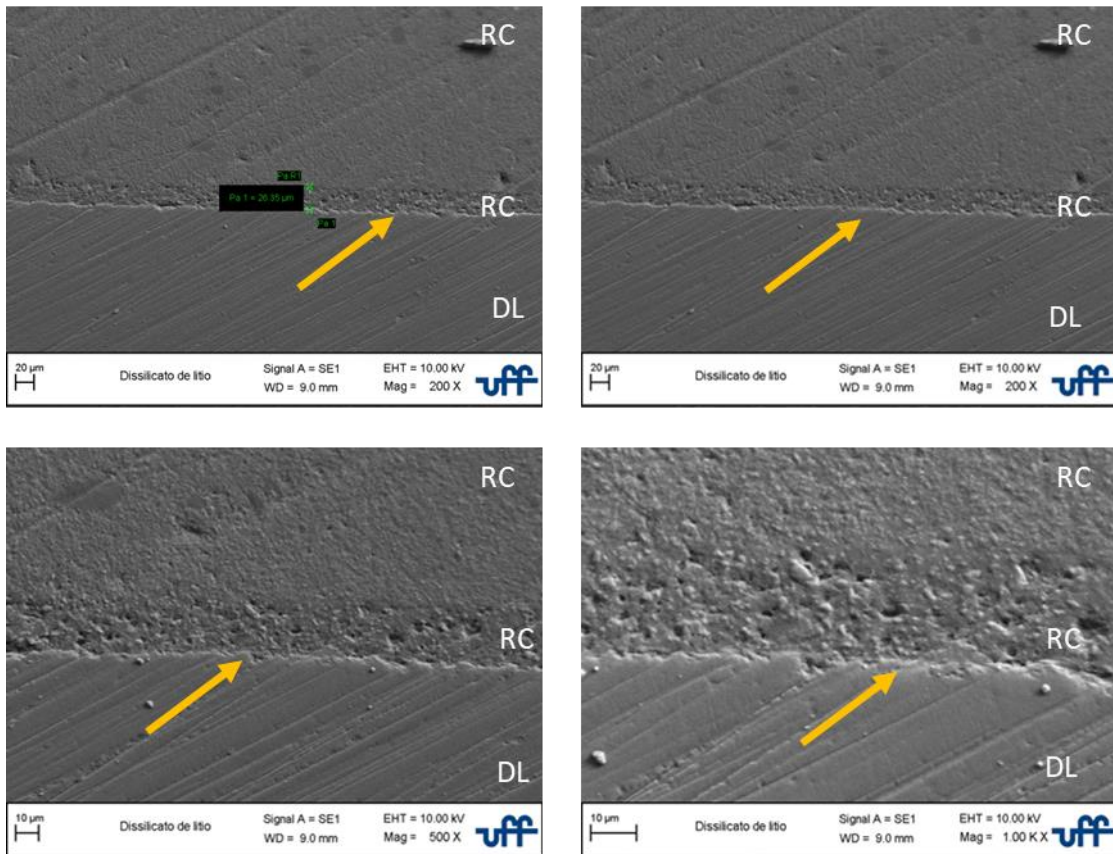


Figura 21 - Micrografia da seção transversal da interface de união (dissilicato de lítio). RC: resina composta; CR: cimento resinoso; DL: dissilicato de lítio. As figuras mostram completa penetração do cimento resinoso na superfície do dissilicato de lítio nas irregularidades criadas pelo primer cerâmico autocondicionante, grupo 3 (seta amarela). Observa-se o embricamento mecânico do cimento resinoso com a superfície da vitrocerâmica de dissilicato de lítio.

O padrão apresentado nas micrografias no microscópio de varredura (Figura 19-21) da interface de união entre cimento resinoso e vitrocerâmica dissilicato de lítio estão de acordo com os resultados estatisticamente semelhante através do ensaio de cisalhamento entre os protocolos de superfície estudados. A interface de união formada com o tratamento de superfície convencional e o simplificado mostrou-se homogênea, o que caracteriza que houve completo preenchimento das irregularidades criadas pelo condicionamento de ambas as técnicas promovendo o embricamento mecânico entre cimento resinoso e cerâmica. Esta condição influencia positivamente na qualidade de união e confirma os valores obtidos nos testes de resistência de união. Ao passo que a interface criada somente com aplicação de silano e adesivo foi deficiente pois não ocorreu a penetração do cimento resinoso na superfície cerâmica, evidenciando falhas na interação cimento resinoso, como mostra a Figura 19, onde há a presença de espaços vazios. Os espaços não preenchidos geram áreas de concentração de tensão levando ao insucesso da cimentação adesiva comprometendo a longevidade das restaurações cerâmicas adesivas.

As causas de falhas na cimentação de próteses dentárias, estão relacionadas na interface cimento-resina. A adesão exerce um papel importante no sucesso a longo prazo pois melhora a adaptação marginal da restauração, diminui a microinfiltração e aumenta a resistência a fratura fortalecendo a restauração submetida a forças oclusais (TIAN TIAN et al., 2014; FABIÃO et al., 2015). Os tratamentos superficiais das cerâmicas odontológicas antes da cimentação, visam a criação de microporosidades oriundas da remoção da porção vítrea por um agente condicionante, aumentando a área superficial e consequente energia superficial favorecendo a ligação química dessa superfície com o agente de união a partir do processo de silanização. Esse agente, por sua vez, apresenta uma dupla função de reagir com a parte inorgânica da superfície vitrocerâmica (composta de fase vítrea amorfa) e a outra de copolimerizar-se com a matriz orgânica dos cimentos resinosos. Concluída a cimentação adesiva, busca-se a formação de um monobloco dente-restauração capaz de aumentar a longevidade e durabilidade das restaurações adesivas indiretas (BELLI et al., 2014; AGUIAR et al., 2016; MORO et al., 2017; PROCHNOW et al., nov.2018; MATINLINNA et al., 2018).

Os resultados do presente estudo demonstram a importância do embricamento mecânico e revelam que alterações severas na superfície da cerâmica podem gerar danos estruturais e enfraquecimento da restauração. Uma adequada remoção de porção vítrea que seja suficiente para promover ligação química com o cimento resinoso é ideal para promover resultados confiáveis. Portanto, o primer cerâmico autocondicionante condiciona e silaniza proporcionando ligação química eficiente com menos alterações morfológicas e com resistência de união semelhante ao tratamento de superfície convencional.



## 6 CONCLUSÕES:

Com base nos resultados obtidos no presente estudo é possível concluir:

- O tratamento de superfície com condicionamento com ácido fluorídrico (G2) apresentou os seguintes parâmetros de rugosidade:  $R_a = 0,591 \pm 0,35 \mu\text{m}$ ,  $PV = 12,863 \pm 7,576 \mu\text{m}$  e  $R_z = \pm 7,58 \pm 2,6 \mu\text{m}$  superiores ao tratamento com primer cerâmico autocondicionante ( $R_a = 0,02 \pm 0,003 \mu\text{m}$ ,  $PV = 0,545 \pm 0,07 \mu\text{m}$  e  $R_z = 0,387 \pm 0,005 \mu\text{m}$ ) e ao grupo controle;
- Os tratamentos superficiais da vitrocerâmica de dissilicato de lítio aumentaram a resistência de união entre o agente cimentante e a superfície da cerâmica com o uso do condicionamento do ácido fluorídrico e primer cerâmico autocondicionante demonstraram que não houve diferenças estatisticamente significativas entre os tratamentos de superfície e ambos apresentaram diferenças estatisticamente significantes com o grupo sem tratamento de superfície;
- A ação simultânea de condicionar e silanizar proporcionada pelo primer cerâmico autocondicionante promoveu micro-retenção e resistência adesiva com menores alterações topográficas na microestrutura oferecendo uma técnica simplificada e sem os riscos deletérios do ácido fluorídrico.

## **7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Como sugestão para futuros trabalhos pode-se sugerir:

- Variações no tempo de condicionamento do primer cerâmico autocondicionante em relação ao ácido fluorídrico e o efeito destas alterações na superfície das vitrocerâmicas;
- Análise química das superfícies condicionadas com o primer cerâmico autocondicionante e avaliação dos mecanismos de silanização;
- Avaliar se o pigmento verde (corante) presente na composição do primer cerâmico autocondicionante provoca alteração de cor nos laminados cerâmicos usando os procedimentos de limpeza, tais como jato de água, cuba ultrassônica ou limpas com ácido fosfórico.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIAR TR, BARBOSA WFSB, FRANCESCANTONIO MD, GIANNINI M. Effects of ceramic primers and post-silanization heat treatment on bond strength of resin cement to lithium disilicate-based ceramic. **Appl Adhes Sci**, v. 4, n. 20, 2016.

ALGHAZZAWI T.F. Advances in CAD / CAM technology: Options for practical implementation. **Journal of Prosthodontic Research**, v.60, n.2, p. 72-84, 2016.

ALVES MFRP, SIMBA BG, CAMPOS LQB, FERREIRA I, SANTOS C. Influence of thermal treatment protocols on the mechanical behavior of lithium silicate dental ceramics. **Revista Internacional de Tecnologia Cerâmica Aplicada**, v. 16, n. 5, 2019.

AMARAL M, BELLI R C, VALANDRO LF, PETSCHT A & LOHBAUER U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. **Journal of Dentistry**, v. 42, n. 1, p. 90-98, 2014.

AMOROSO AP, FERREIRA MB, TORCATO LB, PELLIZZER EP, MAZARO JVQ, GENNARI FILHO H. Cerâmicas odontológicas: propriedades, indicações e considerações clínicas. **Revista Odontológica de Araçatuba**, v. 33, n. 2, p. 19-25, Jul/ Dez, 2012.

ANDRADE AO, SILVA IVS, VASCONCELOS MG, VASCONCELOS RG. Cerâmicas odontológicas: classificação, propriedades e considerações clínicas. **Salusvita**, Bauru, v. 36, n. 4, p. 1129-1152, 2017.

ANUSAVICE JK, SHEN C, RAWLS, HR. Phillips Materiais Dentários. São Paulo: **Saunders Elsevier**, p.580, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 4287: especificações geométricas do produto (GPS) – Rugosidade: Método do perfil – Termos, definições e parâmetros da rugosidade. Rio de Janeiro, set. 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 4288: especificações geométricas do produto (GPS) – Rugosidade: Método do perfil – Regras e procedimentos para avaliação de rugosidade. Rio de Janeiro, nov.2008.

BARNABÉ W, CARVALHO MA, BORGES GV, BARBOSA YAO, Célio Umberto ARAÚJO CU, LAZARI-CARVALHO PC. Reabilitação estética anterior com facetas e coroas cerâmicas: relato de caso clínico. **Rev Odontol Bras Central**, v. 28, n.87, p. 260-265, 2019

BELLI R, GUIMARÃES JC, FILHO AM, VIEIRA LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. **Journal of Adhesive Dentistry**. v. 12, n. 4, p. 295-303, 2010.

BELLI RS, GEINZER E, MUSCHWECK A, PETSCHT A, LOHBAUER V. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. **Dent Mater**, Manchester, v. 30, p. 424-432, 2014.

BLATZ MB, SADAN A, KERN M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 89, p. 268-274, 2003

BLATZ MB, SADAN A, MALTEZOS C, BLATZ U, MERCANTE D, BURGESSN JO. In vitro durability of the resin bond to feldspathic ceramics. **Am J Dent**, v. 17, p. 169-172, 2004.

BORGES, G.A.; SOPHR, A.M.; DE GOES, M.F.; SOBRINHO, L.C.; CHAN D.C. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different ceramics. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, p. 479-88, 2003.

BOTTINO M; QUINTAS A; MIYASHITA E; GIANNINI V. Estética Em reabilitação Oral Metal Free. **São Paulo: Artes Médicas**, p. 496, 2001.

BRUM, R.; MAZUR, R.; ALMEIDA, J.; BORGES, G.; CALDAS, D. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. **Operative Dentistry**, n. 36, v. 5, p. 478-85, 2011.

CAMARGO I.F., MANETTI L.P., ZECZKOWSKI M., NETO SUNDFELD D., PINI N. I. P., MORI, A.A., FERRAIRO B.M. Sistemas Cad/Cam E Suas Aplicações Na Odontologia: Revisão Da Literatura. **Rev. Uningá**, v. 55, n. S3, p. 211-228, 2018.

CANAY S, HERSEK N, ERTAN A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 28, p.95–101, 2001.

CARVALHEIRA TB, GOYATÁ FR, RODRIGUES CRT, SOUZA MCA. Resolução estética em dentes anteriores com coroas totais livres de metal - relato de caso clínico. **International of Journal of Dentistry**, v.9, n..2. 2010.

CASTRO HL, PASSOS SP, ZOGHEIB LV, BONA AD. Effect of cement shade and light-curing unit on bond strength of a ceramic cemented to dentin. **J Adhes Dent**, v. 14, p. 155-160, 2012.

CRAIG, R.G. *Materiais Dentários Restauradores*, 11ª ed: São Paulo: Santos; 2004.

COLARES RC, NERI JR, SOUZA AMB, PONTES KMF, MENDONÇA JS, SANTIAGO SL. Effect of surface pretreatments on the microtensile bond strength of lithium-dissilicate ceramic repaired composite resin. **Braz. Dent J.**, v. 24, n. 4, p. 349-52, 2013.

COLDEA A, SWAIN MV, THIEL N. Mechanical properties of polymer infiltrated ceramic-network materials. **Dental Materials**, v. 29, n. 4, p. 419-26, 2013.

CONRAD HJ, SEONG W, PESUN IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 98, p. 389-404, 2007.

COSTA LA. **Efeito do condicionamento da superfície cerâmica vítrea: análise de diferentes condicionadores**. Universidade Federal do rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2018.

DAPIEVE KS, MACHRY RV, PILECCO RO, KLEVERLAAN CJ, PEREIRA GKR, VENTURINI AB, VALANDRO LF. One-step ceramic primer as surface conditioner: Effect on the load-bearing capacity under fatigue of bonded lithium disilicate ceramic simplified restorations. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v.104, 2020.

DeHOFF, PH; ANUSAVICE, KJ; WANG, Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. **Dental Materials**. v. 11, n. 2, p. 126-31, 1995.

Documentação Científica da Ivoclar Vivadent IPS e.max CAD, Liechtenstein, 2011.

DELLA BONA A, ANUSAVICE KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. **The International journal of prosthodontics**, v. 15, n. 2, p. 159-67, 2002.

DELLA BONA, A.; KELLY, J.R. The Clinical Success Of All-Ceramic, restorations. **The Journal of the American Dental Association**, v, p. S8–S13, 2008.

DELLA BONA A, Corazza PH, Zhang Y Characterization of a polymer infiltrated ceramic-network material. **Dent Mater**, v.30, n.5: 564-569, 2014

DENRY I, HOLLOWAY JA. Ceramics for Dental Applications: A Review. **Materials**, v. 3, n. 1, p. 351-68, 2010.

EL-DAMANHOURY HM, GAINANTZOPOULOU MD. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 62, n. 1, p. 75-83, jan. 2018.

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

ELSAKA SE, ELNAGHY AM . Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. **Dental materials**, v. 32, n. 7, p. 908-914, 2016

ESCRIBANO, NI; DEL-NERO, MO; DE LA MACORRA JC. Inverse relationship between tensile bond strength and dimensions of bonded area. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v. 66, n. 1, p. 419-24, 2003.

FABIÃO MM, STAPE TSS, YANIKIAN CRF, DE LIMA AF, PIZI ECG, BARON GMM, MARTINS LRM. Influence of different adhesive protocols on ceramic bond strength and degree of conversion of resin cements. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v.62, p. 7-13, 2015

FABIANELLI, A., POLLINGTON S, PAPACCHINI F., GORACCI C., CANTORO A, FERRARI M, NOORT R.V. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin, **Journal of Dentistry**, n. 38 p. 39-49, 2010.

FASBINDER DJ, DENNISON JB, HEYS D, NEIVA G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate cad/cam crowns: a two-year report. **The Journal of the American Dental Association**, v. 2 suppl, p.10 s-14s, 2010.

GALANTE R, FIGUEIREDO-PINA CG, SERRO AP. Additive manufacturing of ceramics for dental applications: A review. **Dental Materials**, v. 35, n. 6, p. 825-46, 2019.

GIORDANO R. Materials for chairside CAD/CAM–produced restorations. **J Am Dent Assoc**, v.137, p. 14S-21S, 2006.

GHASSEMIEH, E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. **Dental Materials**, v. 24, n. 4, p. 536-47, 2008.

GORACCI C; SADEK FT; MONTICELLI F; CARDOSO PE; FERRARI M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. **Dental Materials**. v. 20, n. 7, p. 643-54, 2004.

GUERRA CNF, NEVES CAF, ALMEIDA ECB, VALONES MAA, GUIMARÃES RP. Estágio atual das cerâmicas odontológicas. **International Journal of Dentistry**, v. 6, n. 3, p. 90-5, 2007.

GUESS PC, ZAVANELLI RA, SILVA NR, BONFANTE EA, COELHO PG, HOMPSON VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP 71 crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 23, n. 5, p. 434-42, 2010.

GUESS PC, SCHULTHEIS S, BONFANTE EA, COELHO PG, FERENCZ JL, SILVA NR. Allceramic systems: laboratory and clinical performance. **Dental Clinics of North America**, v. 55, n. 2, p. 333-52, 2011.

GUIMARÃES HAB, CARDOSO PC, DECURCIO RA, MONTEIRO LJE, ALMEIDA LN, MARTINS WF, MAGALHÃES APR. Simplified Surface Treatments for Ceramic Cementation: Use of Universal Adhesive and Self-Etching Ceramic Primer. **International Journal of Biomaterials**, 2018

HE L.H., SWAIN M. A novel polymer infiltrated ceramic dental material. **Dental Materials**, v. 27, n. 6, p. 527-34, 2011.

HILL R., HOWARD C.J. Quantitative Phase Analysis from Neutron Powder Diffraction Data Using the Rietveld Method. **J. Appl. Cryst.**, v.20, p. 467-474, 1987

Ivoclar Vivadent., Monobond Etch & Prime Material Safety Data Sheet according to 1907/2006/EC, 21/09/2016 version 3.

KALAVACHARLA V, LAWSON N, RAMP L, BURGESS J. Influência do protocolo de condicionamento e tratamento de silano com um adesivo universal na resistência de união do dissilicato de lítio. **Oper Dent**, 40 (2014), pp. 372 – 378

KELLY, J. R. Dental ceramics: current thinking and trends. **Restorations Dental Clinics of North America**, v. 48, p. 513–530, 2004.

KELLY JR, BENETTI P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. **Australian Dental Journal**, v. 56, n. 1, p. 84-96, 2011.

KERN M, SASSE M, WOLFART S. Ten-year outcome of three-unit fixed dental prostheses made from monolithic lithium disilicate ceramic. **The Journal of the American Dental Association**, v. 143, n. 3, p. 234-40, 2012.

KUMBULOGLU, O; LASSILA, LV; USER, A; VALLITTU, PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. **Operative Dentistry**, v 31, n. 2, p. 248-55, 2006.

LAZAR DRR, USSUI V, BOTTINO MC, VALANDRO LF, BOTTINO MA, PASCHOAL JOA, BRESSIANI JC, BRESSIANI AHA, Caracterização de cerâmica à base de alumina e zircônia para aplicações odontológicas. **Instituto de Pesquisas energéticas e nucleares**, Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2004.

LI RW, CHOW TW, MATINLINNA JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. **J Prosthodont Res**, v. 58, p. 208-216, 2014.

LIU HL, LIN CL, SUN M, CHANG YH. Numerical investigation of macro- and micro-mechanics of a ceramic veneer bonded with various cement thicknesses using the typical and submodeling finite element approaches. **J Dent**, v. 37, p. 141-148, 2009.

LIEN W, ROBERTS HW, PLATT JA, VANDEWALLE KS, HILL TJ, CHU TM. Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass-ceramic. **Dent Mater**, v. 31, p. 928-940, 2015.

GC LOPES GC, PERDIGÃO J, BAPTISTA D, BALLARIN A. Does a self-etching ceramic primer improve bonding to lithium disilicate ceramics? Bond strengths and feseem analyses. **Operative Dentistry**, 2018.

LUTHARDT R. G., HOLZHUTER M., SANDKUHL O., HEROLD V., SCHNAPP J. D., KUHLSCH E., et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. **Journal of Dental Research**, v. 81, n. 7, p. 487-91, 2002.

LYANN SK, TAKAGAKI T, NIKAIDO T, UO MIKEDA M, SADR A, TAGAMI J. Effect of different surface treatments on the tensile bond strength to lithium disilicate glass ceramics. **J Adhes Dent**, v. 20, p. 261-268, 2018.

MATINLINNA JP, LUNG CYK, TSOI JKH Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: a review. **Dent. Mater.**, v. 34, n.1, p. 13-28, 2018.

MARTINS LM, LORENZONI FC, FARIAS BC, Lopes LDS, G. BONFANTE G, Rubo JH. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. **Cerâmica**, v. 56, p.148-155, 2010

MAZARO, JVQ, ALEXANDRE RS, ZAVANELLI AC, MENDES JO, ANTENUCCI RMF, ZAVANELLI RA. Cerâmicas monolíticas: mito, realidade ou apenas mais uma opção clínica? Associação Brasileira de Odontologia. **Pro-odonto Prótese e dentística**. Porto Alegre, Sistema de Educação Continuada a distância, Programa de atualização em prótese odontológica dentística: Ciclo, v. 4, p. 9-42, 2016.

- MIYAZAKI, T. et al. A review of dental CAD/CAM: current status and future perspectives from 20 years of experience. **Dental materials journal**. Japan, p. 1-13, 2009.
- MCLAREN EA, FIGUEIRA J. Updating Classifications of Ceramic **Dental Materials: A Guide to Material Selection**. **Compendium**, 2015; p.400-406.
- MORENO MBP, MURILLO-GÓMEZ F, DE GOES MF. Physicochemical and morphological characterization of a glass ceramic treated with different ceramic primers and post-silanization protocols **Dent. Mater.**, 35 (8) (2019 Aug), pp. 1073-1081
- MORO AFV, RAMOS AR, ROCHA GM, PEREZ CR. Effect of prior silane application on the bond strength of a universal adhesive to a lithium disilicate ceramic. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 118, n. 5, p. 666-71, nov. 2017.
- MOURA RBB; SANTOS, TC. Sistemas cerâmicos metal free: tecnologia CAD/CAM – Revisão de literatura. **R. Interd.**, v. 8, n. 1, p. 220-226, mar. 2015.
- MURILLO-GÓMEZ F, PALMA-DIBB RG, DE GOES MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. **Dental Materials**, v. 34, n. 6, p.944-95, jun. 2018.
- OZCAN M, ALLAHBEICKARAGHI A, DUNDAR M Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review **Clin. Oral Invest.**, v.16, n.1, p. 15-23, 2012
- PASHLEY, DH; CARVALHO, RM; SANO, H; NAKAJIMA, M; YOSHIYAMA, M; SHONO, Y; FERNANDES, CA; TAY, F. The microtensile bond test: a review. **Journal of Adhesive Dentistry**, n. 1, v. 4, p.299-309, 1999.
- PERDIGÃO J, GOMES G, GONDO R, FUNDINGSLAND JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I—microtensile bond strengths. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 8, n. 6, p. 367-73, 2006.
- PERDIGÃO J, REIS A & LOGUERCIO AD. Dentin Adhesion and MMPs: A Comprehensive Review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 25, n. 4, p. 219-41, 2013.
- PHRUKKANON, S; BURROW, MF; TYAS MJ. The influence of crosssectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dental Materials**, v. 14, n. 3, p. 212-21, 1998.
- PISANI-PROENCA J, ERHARDT MC, VALANDRO LF, GUTIERREZ-ACEVES G, BOLANOS-CARMONA MV, DEL CASTILLO-SALMERON R, *et al.* Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. **J Prosthet Dent**, v. 96, p. 412-417, 2006.
- PIWOWARCZYK A, LAUER HC, SORENSEN JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. **J Prosthet Dent**, v. 92, p. 265-273, 2004.
- PRADO M, CATINA PROCHNOW C, MARCHIONATTI AME, PAOLO BALDISSARA P, LUIZ FELIPE VALANDRO LF, WANDSCHER VF. Ceramic surface treatment with a single-component primer: resin adhesion to glass ceramics. **J Adhes Dent**, v.20, p.99-105, 2018.



PROCHNOW C, VENTURINI AB, GRASEL R, BOTTINO MC, VALANDRO LF Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v.10, p. 885-891, 2017

PROCHNOW C, PEREIRA GKR, VENTURINI AB, SCHERER MM, RIPPE MP, BOTTINO MC, KLEVERLAAN CJK, VALANDRO LF. Adhesion to a Lithium Disilicate Glass Ceramic Etched with Hydrofluoric Acid at Distinct Concentrations. **Brazilian Dental Journal**, v. 29, n. 5, Sept./Oct. 2018.

PROCHNOW C, PEREIRA GKR, VENTURINI AB, SCHERER MM, RIPPE MP, BOTTINO MC, KLEVERLAAN CJK, VALANDRO LF. How does hydrofluoric acid etching affect the cyclic load-to-failure of lithium disilicate restorations? **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v.87, p. 306-11, nov. 2018.

PROOS KA, SWAIN MV, IRONSIDE J, STEVEN GP. Influence of cement on a restored crown of a first premolar using finite element analysis. **Int J Prosthodont**, v. 16, p. 82-90, 2003.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS MJ. The influence of crosssectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dental Materials**, v. 14, n. 3, p. 212-21, 1998

QUINN JB, QUINN GD. Review – a practical and systematic review of Weibull statistic for reporting strengths of dental materials. **Dental Mater**, v.26, p.135-147, 2010.

RAIGRODSKI AJ, CHICHE GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 86, p. 520-5, 2001.

RAPOSO LHA, DAVI LR, SIMAMOTO PC, NEVES FD. Restaurações totalmente cerâmicas: características, aplicações clínicas e longevidade. **Pro-odonto prótese e dentística**, São Paulo, v. 2, p. 1-66, 2014.

RAUT A, RAO PL, RAVINDRANATH T. Zirconium for esthetic rehabilitation: an overview. **Indian Journal of Dental Research**, v. 22, n. 1, p. 140-3, 2011

RIBEIRO CF, RODE SM, NEVES ACC, LUCAS FILHO A. Formas e características da infraestrutura metálica das restaurações metalocerâmicas convencionais. **Rev.Biociência**, v.11, n.1-2, p. 77-83, jan/jun, 2005.

ROMANYK D, MARTINEZ YT, VELDHUIS S, RAE N, GUO Y, SIROVICA S, FLEMING GJP, ADDISON O. Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD–CAM. **Dental Materials**, v. 35, n. 1, p. 98-104, 2019

SADEK, FT.; CURY, AH; MONTICELLI F.; FERRARI M; CARDOSO, PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. **Dental Materials**, n. 21, v. 12, p. 1144-49, 2005.

SANO H, SHONO T, SONODA H, TAKATSU T, CIUCCHI B, CARVALHO R, PASHLEY DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a micro-tensile bond test. **Dental Materials**, n. 10, v. 4, p. 236-40, 1994.

SALZ U, ZIMMERMANN J, SALZER T. Self-curing, self-etching adhesive cement systems. **J Adhes Dent**, v. 7, p. 7-17, 2005.

SILVA NR, BONFANTE EA, MARTINS LM, VALVERDE GB, THOMPSON VP, FERENCZ JL, et al. Reliability of reduced-thickness and thinly veneered lithium disilicate crowns. **Journal of Dental Research**, v. 91, n. 3, p. 305-10, 2012.

SILVA JUNIOR WF, BUSATO PMR, MENDONÇA MJ, CAMILOTTI V, DELBEN JA. Restaurações cerâmicas multicamadas e monolíticas: uma revisão de literatura. **RFO**, UPF, Passo Fundo, v. 23, n. 3, p. 353-60, set/dez, 2018.

SILVA, L.H., LIMA E., MIRANDA R.B.P., FAVERO S.S., LOHBAUER U., CESAR P.F. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. **Braz. Oral Res.**, v.31, n. 85, 2017.

SILVA NETO JMA; FURTADO KRS, BAUMBERGER MCA, DUARTE IKF, TRUJILLO A, ALVES EVR, MEDEIROS MLBB, CAVALCANTI TC, VANDERLEI AD, FIGUEIREDO BC, AMARAL ALC. Odontological ceramics: a review of literature. **Revista Eletrônica Acervo Saúde/ Electronic Journal Collection Health**, v. 40, 2020

SIQUEIRA FSF, ALESSI RS, CARDENAS AFM, KOSE C, PINTO SCS, BANDECA MCB, LOGUERCIO AD, GOMES JC. New Single-bottle Ceramic Primer: 6-month Case Report and Laboratory Performance. **The Journal of Contemporary Dental Practice**, v. 17, n. 12, p. 1033-1039, 2016.

SCHERER MM, PROCHNOW C, VENTURINI AB, PEREIRA GKR, BURGO TAL, RIPPE MP, VALANDRO LF. Fatigue failure load of an adhesively-cemented lithium disilicate glass-ceramic: conventional ceramic etching vs etch & prime one-step primer **Dent. Mater**, v.34, n. 8, p. 1134-1143, 2018

SCHESTATSKY R, ZUCUNI CP, VENTURINI AB, BURGO TAL, BACCHI A, VALANDRO LF, PEREIRA GKR. CAD-CAM milled versus pressed lithium-disilicate monolithic crowns adhesively cemented after distinct surface treatments: Fatigue performance and ceramic surface characteristics. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v.94, p.144-154, 2019.

SHEN C, OH WS, WILLIAMS JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 91, n. 5, p.453-8, 2004.

STAWARCZYK B, LIEBERMANN A, EICHBERGER M, GUTH JF. Evaluation of mechanical and optical behavior of current esthetic dental restorative CAD/CAM composites. **J Mech Behav Biomed Mater**, n. 55, p. 1-11, 2015.

STEVENSON B, IBBETSON R. The effect of the substructure on the colour of samples/restorations veneered with ceramic: a literature review. **Journal of Dentistry**, v. 38, n. 5, p. 361-8, 2010.

SONG XF, REN HT, YIN L. Machinability of lithium disilicate glass ceramic in in vitro dental diamond bur adjusting process. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 53, p. 78- 92, 2016.

SUNDFELD D, PALIALOL ARM, FUGOLIN APP, AMBROSANO GMV, CORRER-SOBRINHO L, MARTINS LRM, PFEIFER CS. The effect of hydrofluoric acid and resin cement formulation on the bond strength to lithium disilicate ceramic. **Brazilian Oral Research**, v. 32, 2018.

TASKONAK B, SERTGÖZ A. Two-year clinical evaluation of lithia-disilicatebased all-ceramic crowns and fixed partial dentures. **Dental Materials**, v. 22, n. 11, p. 1008-13, 2006.

TIAN TIAN, KIT-HONTSOI J, MATINLINNA JP, BURROW MF . Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dental Materials**, v. 30, n. 7, p. 147-62, jul. 2014.

TRIBST JPM, MONTEIRO JB, VENTURINI AB, PEREIRA GKR, BOTTINO MA, MELO RM, VALANDRO LF. Fatigue failure load of resin-bonded simplified lithium disilicate glass-ceramic restorations: effect of ceramic conditioning methods. **J Adhes Dent**, v.21, p. 373-381, 2019.

VALANDRO, L.F.; DELLA BONA, A.; ANTONIO BOTTINO, M.; NEISSER, M.P. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 93, n. 3, p. 253-9, 2005.

VAN MEERBEEK, B, YOSHIHARA, K, YOSHIDA, Y, MINE, A, DE MUNCK, J, & VAN LANDUYT, K. State of art of self-etch adhesives. **Dental Materials**, v. 27, n. 1, p. 17-28, 2011.

VAN NOORT R. Introdução aos materiais dentários. 2. ed. Porto Alegre: Artmed; 2004.

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

WAI KIM LI R, CHOW TW, MATINLINNA JP. Biomateriais dentários em cerâmica e CAD / CAM tecnologia: estado da arte. **Jornal of Prosthodontic Research**, v. 58, p. 208-2016, 2014.

WANG L, LIU Y, SI W, FENG H, TAO Y, MA Z . Friction and wear behaviors of dental ceramics against natural tooth enamel. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 32, n. 11, p. 2599-2606, 2012.

WILLARD A, TIEN-MIN, CHU G. The science and application of IPS e.Max dental ceramic. **The Kaohsiung Journal of Medical Sciences**, v. 34, n. 4, p. 238-242, 2018.

WILLE S, LEHMANN F, KERN M Durability of resin bonding to lithium disilicate and zirconia ceramic using a self-etching primer **J Adhes Dent**, 19 (2017), pp. 491-496

ZARONE F, FERRARI M, MANGANO FG, LEONE R, SORRENTINO R. Digitally oriented materials: focus on lithium disilicate ceramics. **Int J Dent**, p. 9840594, 2016.

ZOGHEIB LV, DELLA BONA A, KIMPORA ET, MCCABE JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. **Brazilian Dental Journal**, v. 22, n. 1, p. 4550, 2011.