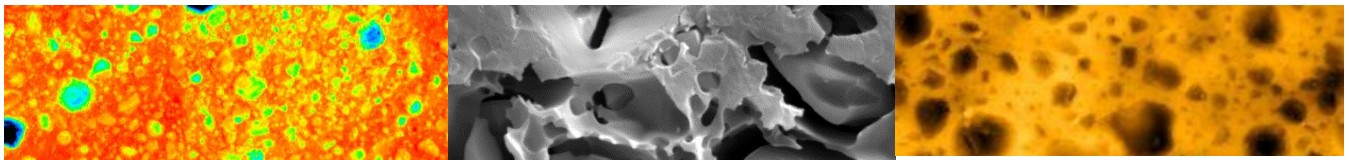


# RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)  
autor(a), o texto completo desta  
dissertação será disponibilizado  
somente a partir de  
03/03/2021.

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**CARACTERIZAÇÃO INTERNA DE MATERIAIS RESTAURADORES  
INDIRETOS COM DIFERENTES CONDICIONAMENTOS DE SUPERFÍCIE**



**GLÍVIA QUEIROZ LIMA**

**ARAÇATUBA**

**- 2019 -**

**GLÍVIA QUEIROZ LIMA**

**CARACTERIZAÇÃO INTERNA DE MATERIAIS RESTAURADORES  
INDIRETOS COM DIFERENTES CONDICIONAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de Concentração em Dentística.

**Orientador: Professor Associado Paulo Henrique dos Santos**

**Coorientadora: Professora Doutora Juliana Aparecida Delben**

**Araçatuba- SP**

**2019**

## Catalogação na Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

Lima, Glívia Queiroz.

L732c      Caracterização interna de materiais restauradores indiretos  
com diferentes condicionamentos de superfície / Glívia Queiroz  
Lima. - Araçatuba, 2019  
90 f. : il. ; 6 tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista,  
Faculdade de Odontologia de Araçatuba

Orientador: Prof. Paulo Henrique dos Santos

Coorientadora: Profa. Juliana Aparecida Delben

1. Cerâmica dentária 2. Rugosidade 3. Ácido fluorídrico

I. Título

Black D2

CDD 617.6

## *Dedicatória*

À minha mãe, **Almisa Queiroz**, que é a pessoa que eu mais admiro, respeito e me espelho. Mainha, não consigo mensurar a gratidão que tenho por toda dedicação, apoio e credibilidade voltados a mim durante toda essa trajetória, sem dúvida alguma eu não teria conquistado esse título sem sua dedicação e fomento. Obrigada pelo amor, pelas abdições, orações e pelo trabalho em dobro. Me desculpe pela ausência durante esses dois anos, cada dia longe da senhora me doeu na alma. Não foi fácil, para nós duas, aguentar firme até aqui, mas sem seus ensinamentos de vida e, principalmente, a fé que me ensinou a não deixar de lado, fizeram com que vencêssemos mais essa batalha. Eu sou uma extensão sua e agradeço a Deus todo dia por ter a senhora como mãe, pois esse amor é divino, sem explicação. A senhora é minha vida!

Ao meu pai, **Francisco Liberato**, por todo amor, carinho e cuidado. Obrigada por ser exemplo de fortaleza e por me ensinar a passar pelas adversidades da vida sem baixar a cabeça e sempre com bom humor. Suas lágrimas de saudade e preocupação da filhinha caçula na cidade grande me incentivaram a dar o meu melhor. Te amo, pai!

Ao meu irmão, **Weyber Queiroz**, meu segundo pai. Obrigada por ser exemplo de inteligência (difícil competir com quem tem quatro faculdades), caráter, bondade, proatividade e competência, se eu tenho algum resquício de alguma dessas qualidades aprendi com você certamente. Obrigada pela ajuda financeira, por segurar a barra em casa com tamanha pacificidade e por ser meu porto seguro em qualquer situação. Obrigada por trazer a Cíntia Candido para nossa família também, ela é especial e do bem. Te amo incondicionalmente e te respeito.

Ao meu irmão, **Leyb Queiroz**, a quem tenho a honra de dividir essa família linda. Obrigada por me ensinar a ser positiva, pois você é a pessoa que mais acredita no melhor das pessoas e do mundo e que não se abala com a maldade alheia. Você é um exemplo de simplicidade e alegria. Obrigada por me defender dessa maldade também. Te amo eternamente!

## *Agradecimento especiais*

A **Deus**, por ter fortalecido minha fé todos os dias para que eu pudesse suportar todos os obstáculos.

Ao meu orientador, **Prof. Ass. Paulo Henrique dos Santos**, pela paciência e sabedoria repassadas a mim. Obrigada por cada ensinamento e pela confiança, certamente toda minha evolução na área científica eu devo ao senhor. Cultivo profunda admiração pelo senhor e agradeço todos os dias pelo universo ter conspirado para eu ter me tornado sua orientada. Me sinto honrada e fazer parte da sua equipe de alunos.

À minha coorientadora, **Juliana Aparecida Delben**, pelo suporte e conselhos dados. Me espelho muito na sua história, obrigada.

Ao **Prof. Ass. André Luiz Fraga Briso**, obrigada por cada conselho e crítica, me ajudou muito a ampliar minha visão científica.

Ao **Prof. Tit. Renato Sundfeld**, obrigada por ser um professor tão dedicado e gentil. Sou uma grande fã de todo seu trabalho.

À **Profa. Ass. Ticiane Fagundes**, tenho uma grande admiração pela sua carreira e mente brilhante. Obrigada por todas as críticas construtivas. Obrigada!

Ao **Prof. Ricardo Okida**, pelos inúmeros compartilhamentos de conhecimento. Ao senhor todo meu respeito e admiração pela sua trajetória profissional.

Ao **Prof. Ass. Wirley Assunção**, obrigada pelo suporte e pela contribuição com os trabalhos que desenvolvemos. Muito obrigada pela colaboração e por estar sempre de portas abertas.

À Profa. e amiga, **Thaís Yumi Umeda Suzuki**, meus mais sinceros agradecimentos. Você foi quem me ensinou as coisas básicas do mundo científico com toda paciência e dedicação. Obrigada pelas críticas, puxões de orelha, por ter sempre os

melhores conselhos e pelos momentos de alegrias. Eu te devo muito, obrigada pela amizade.

Ao **Prof. Ass. Alberto Delbem**, por ter nos disponibilizado o equipamento goniômetro e, além de tudo, ter nos recebido tão bem e nos oferecer explicações sobre as análises e cedido informações valiosas para o andamento do trabalho.

Ao **CNPEM**, em nome dos técnicos **Carlos e Davi**, pela oportunidade de realizar muitas análises em seus respectivos laboratórios e nos recepcionar tão educadamente, nos repassando ensinamentos valiosos. Muito obrigada, eu nunca irei esquecer essa experiência.



## *Agradecimentos*

À minha fiel amiga, **Stephanye Pinto Biss** e sua família, por ter sido também minha família durante esses dois anos. Obrigada por me acompanhar em todos os momentos e me defender quando eu não consegui. Sua companhia me trouxe, além de muita alegria, um crescimento pessoal gigantesco. Eu sinto saudades todos os dias de você, da nossa casa, das nossas aventuras e do nosso cachorro Vida e até das nossas brigas. Eu te amo!

Aos meus amigos de turma, **Caio, Isis e Ana Carolina**, a vocês eu devo muito! Obrigada por todas as parcerias, trabalhos em grupo e pelo ambiente descontraído e afetuoso no qual convivi com vocês, grande parte do meu aprendizado foi construído ao lado de vocês. Obrigada meu amigo Caio Pavani, minha amiga Isis Hoshino e minha amiga Ana Carolina, espero pagar todos os favores com castanha de caju. Adoro vocês!

À minha amiga de pós graduação, **Bruna de Oliveira Reis**, que tive a honra de dividir grandes momentos de alegria e conversas sobre as aflições. Sou uma grande fã sua, você me incentiva a ser uma pessoa melhor. Sou muito grata a Deus por ter me colocado no seu caminho, pois facilitou o meu. Obrigada pelos conselhos mais sábios e coerentes. Te levarei no coração para o resto da vida, você sempre estará em minhas orações!

Ao meu amigo de pós graduação **Henrico Strazzi**, muito obrigada, você é sinônimo de competência e também de solidariedade, nunca esquecerei o quanto você foi solícito e me ajudou incansavelmente na reta final do nosso trabalho. Obrigada por ser tão leve, te admiro muito!

A minha amiga de pós graduação **Ana Teresa Maluly Proni**, eu agradeço pela pro atividade e pela enorme ajuda, você me ensinou muito! Seu coração é tão grande quanto você.

Aos meus colegas de Departamento, **Marjorie, Mariana, Lara, Fernanda, Morgana, Livia e Diego**, agradeço pelo convívio e por sempre estarem dispostos a me ajudar. Vocês estarão sempre no meu coração, lembrarei de cada um com um sorriso no rosto.

Ao meu querido namorado, **Matheus Barrocas**, agradeço pela paciência, pelo apoio e por ter me dado suporte em todos os momentos que precisei quando estávamos juntos. Você foi peça fundamental para meu crescimento. Você se tornou minha família, te amo!

Ao meu amigo, **Atila Vinicius**, meu grande companheiro de batalhas. Nossa amizade representa muito para mim, te amo e obrigada por estar nessa comigo mais uma vez!

Às minhas amigas do Ceará, **Rayanne, Vladia, Raquel**, eu sou grata pela força que me deram em todos os aspectos da minha vida, sei que rezaram muito por mim e isso não consigo agradecer em palavras, somente retribuir a oração. Vocês são fundamentais!

Aos meus vizinhos de Araçatuba, **D. Neuza e Sr. Eurides**, obrigada pelo amor, vocês me fizeram sentir o amor familiar todas as vezes que precisei de afeto. Muito obrigada de coração, estarei rezando pela saúde de vocês sempre!

Às minhas amigas de Araçatuba, **Luana Trevelin e Beatriz Furtado** e suas famílias, queria deixar meu agradecimento pela vida social em Araçatuba, vocês foram uma grata surpresa. Fico feliz por ter compartilhado de momentos alegres.

À toda **família Queiroz Lima**, em especial à minha avó, Julia, por representar as mulheres guerreiras e destemidas da nossa família, pois essa é uma característica que

herdamos dela. Às minhas tias Anaila, Alzenira, Aila, Albanita e Albanisia obrigada pelo apoio, pela torcida, pelas orações e por acreditar no meu potencial. Aos meus primos, Raynon, Jhelsa, Michelly, Rigeriane, Kelly, Jhelda e os demais, por me dar amor, força, ombro, apoio psicológico, carona e hospedagem. Obrigada por sempre fazer da minha chegada ao CE uma grande festa. A saudade que eu senti de cada um de vocês e das nossas confraternizações nas datas comemorativas me fez ter a convicção que família é sagrada e a minha é um presente de Deus. Obrigada aos meus tios Agenor, Linete, Alzenir e Pedro por me dar tanto carinho que nem sei como expressar, estive representando nossa família da melhor maneira possível, assim como vocês me pediram. Amo todos vocês!

Aos funcionários do Departamento, **Peterson, Carlos e Neuci**, obrigada por sempre estarem dispostos a ajudar.

À **Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP**, na pessoa do Diretor Prof. Tit. Wilson Roberto Poi e o Vice-Diretor, Prof. Tit. João Eduardo Gomes Filho, pelo acolhimento e oportunidade de realização do curso de Mestrado. Agradeço pelo empenho e dedicação para o crescimento não só da faculdade, mas também da pós-graduação em Odontologia da FOA.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia**, da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” com o atual coordenador Prof. Adj. André Luiz Fraga Briso.

Aos **funcionários da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP**, **Valéria Zagato, Lilian Mada e Cristiane Lui**, pela disponibilidade e gentileza em ajudar.

## *Epígrafe*

*“Ninguém caminha sem aprender a caminhar, sem aprender a fazer o caminho caminhando, refazendo e retocando o sonho pelo qual se pôs a caminhar.”*

*Paulo Freire*

QUEIROZ LIMA, G. Caracterização interna de materiais restauradores indiretos com diferentes condicionamentos de superfície [dissertação] – Araçatuba: UNESP-Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”; 2019.

## RESUMO

**Objetivo:** O objetivo do estudo foi avaliar o efeito da aplicação de ácido fluorídrico com diferentes tempos e concentrações na superfície de materiais restauradores indiretos obtidos a partir de blocos utilizados na tecnologia CAD-CAM.

**Materiais e Métodos:** Amostras dos materiais restauradores indiretos medindo 4x4x0,8mm foram obtidos a partir de blocos CAD para cada material estudado: resina nanocerâmica Lava Ultimate (3M Espe), monossilicato de lítio reforçado por zircônia Celtra Duo (Dentsply) e cerâmica híbrida Vita Enamic (Vita). Os materiais foram submetidos à aplicação de ácido fluorídrico com concentração de 5% ou 10%, sendo o mesmo aplicado pelos tempos de 20, 40, 60 ou 90 segundos. Um grupo controle para cada material foi avaliado, sem nenhum tratamento de superfície, contabilizando nove grupos de cada material (n=10). As amostras foram avaliadas em relação à rugosidade de superfície (Ra e Rz), avaliadas em microscopia óptica confocal; ângulo de contato ( $\theta$ ), energia de superfície ( $\gamma_s$ ) e energia livre total de interação ( $\Delta G$ ) avaliados em goniômetro, e resistência de união ao cimento resinoso avaliada através do teste de microcislamento. Imagens das amostras foram obtidas em microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia óptica confocal e microscopia de força atômica. Os dados de rugosidade de superfície, ângulo de contato, energia de superfície, energia livre total de interação e resistência de união foram submetidos à ANOVA dois fatores e teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

**Resultados:** Os resultados mostraram que, de maneira geral, o monossilicato de lítio reforçado por zircônia Celtra Duo apresentou melhores resultados quando submetido ao

condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 40 ou 60 segundos de aplicação. A resina nanocerâmica Lava Ultimate apresentou melhor performance quando condicionada com ácido fluorídrico 10% por 20 ou 40 segundos, enquanto que a cerâmica híbrida Vita Enamic apresentou melhores resultados quando condicionada com ácido fluorídrico 5% por 90 segundos.

**Conclusão:** Cada material interagiu de maneira diferente ao condicionamento com ácido fluorídrico, sendo que o conhecimento do adequado protocolo para cada material é essencial para garantir melhorias nos processos de adesão e durabilidade das restaurações indiretas. Celtra Duo apresentou de maneira geral propriedades mecânicas superiores aos demais.

**Relevância clínica:** Recomenda-se protocolos específicos de tratamento de superfície com ácido fluorídrico de acordo com a composição de cada material restaurador indireto.

**Palavras-chave:** Propriedades de Superfície. Ácido Fluorídrico. Interações Hidrofóbicas e Hidrofílicas.

QUEIROZ LIMA, G. Internal characterization of indirect restorative materials with different surface etching protocols [dissertation] - Araçatuba: UNESP - São Paulo State University; 2019.

### ABSTRACT

**Purpose:** The aim of this study was to evaluate the effect of different times and concentration of hydrofluoric acid etching on the surface of indirect restorative materials obtained from blocks used in CAD-CAM technology.

**Methods and Materials:** Samples of indirect restorative materials measuring 4x4x0.8mm were obtained for each restorative material studied: Lava Ultimate nanoceramic resin (3M Espe), Celtra Duo zirconia-reinforced lithium silicate ceramic (Dentsply) and Vita Enamic polymer-infiltrated ceramic-network material (Vita). The materials were submitted to etching with 5% or 10% hydrofluoric acid for 20, 40, 60 or 90 seconds. A control group for each material was evaluated without any surface treatment, totaling nine experimental groups for each material (n = 10). The samples were evaluated in relation to surface roughness (Ra and Rz), evaluated by confocal optical microscopy; contact angle ( $\theta$ ), surface energy ( $\gamma_s$ ) and total free interaction energy ( $\Delta G$ ) evaluated by goniometer; and microshear bond strength to resin cement. Sample images were obtained by scanning electron microscopy (SEM), confocal optical microscopy and atomic force microscopy. Data of surface roughness, contact angle, surface energy, total free interaction energy and bond strength were submitted to two-way ANOVA and Tukey test ( $p < 0.05$ ).

**Results:** The results showed that, in general, the Celtra Duo zirconia-reinforced lithium silicate ceramic showed better results when subjected to etching with 10% hydrofluoric

acid for 40 or 60 seconds. Lava Ultimate nanoceramic resin showed better performance when etched with 10% hydrofluoric acid for 20 or 40 seconds, while Vita Enamic polymer-infiltrated ceramic-network showed better results when etched with 5% hydrofluoric acid for 90 seconds.

**Conclusion:** Each material showed different characteristics after etching with hydrofluoric acid, and the knowledge of the proper protocol for each material is essential to ensure improvements in the adhesion process and durability of indirect restorations. Celtra Duo presents general ways of mechanical properties superior to the others.

**Clinical relevance:** Specific surface treatment protocols with hydrofluoric acid are recommended based on the different compositions of indirect restorative materials.

**Keywords:** Surface Properties. Hydrofluoric Acid. Hydrophobic and Hydrophilic Interactions.



**LISTA DE FIGURAS**

- Figura 1** - Imagens em microscópio confocal a laser 3D com aumento de 150x **66**  
do material Celtra Duo.
- Figura 2** - Imagens em microscópio confocal a laser 3D com aumento de 150x **69**  
do material Lava Ultimate.
- Figura 3** - Imagens em microscópio confocal a laser 3D com aumento de 150x **72**  
do material Vita Enamic.
- Figura 4** - Imagens em microscópio eletrônico de varredura com aumento de **75**  
10.000x do material Celtra Duo.
- Figura 5** - Imagens em microscópio eletrônico de varredura com aumento de **77**  
10.000x do material Lava Ultimate.
- Figura 6** - Imagens em microscópio eletrônico de varredura com aumento de **79**  
10.000x do material Vita Enamic.
- Figura 7** - Imagens em microscópio de força atômica com aumento de 5.000x **81**  
do material Celtra Duo.
- Figura 8** - Imagens em microscópio de força atômica com aumento de 5.000x **84**  
do material Lava Ultimate.
- Figura 9** - Imagens em microscópio de força atômica com aumento de 5.000x **87**  
do material Vita Enamic.

**LISTA DE TABELAS**

- Tabela 1** - Valores de Rugosidade Ra ( $\mu\text{m}$ ), obtidos em microscopia confocal a laser 3D, dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média  $\pm$  desvio padrão). **60**
- Tabela 2** - Valores de Rugosidade Rz ( $\mu\text{m}$ ), obtidos em microscopia confocal a laser 3D, dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média  $\pm$  desvio padrão). **61**
- Tabela 3** - Valores de ângulo de contato  $\theta$  – Água ( $^\circ$ ) dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média  $\pm$  desvio padrão). **62**
- Tabela 4** - Valores de energia de superfície -  $\gamma_s$  (mN/m) dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média  $\pm$  desvio padrão). **63**
- Tabela 5** - Valores de energia livre total de interação – Delta G ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ ) dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média  $\pm$  desvio padrão). **64**
- Tabela 6** - Valores de resistência de união (MPa), dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média  $\pm$  desvio padrão). **65**

**LISTA DE QUADROS**

<b>Quadro 1 -</b>	Descrição dos materiais utilizados, nome, marca, cor, composição e lote.	<b>29</b>
-------------------	-----------------------------------------------------------------------------	-----------

## LISTA DE ABREVIACOES

**ANOVA** = Anlise de Varincia

**AFM** = Microscopia de Fora Atmica

**Bis-EMA** = Bisfenol A dimetacrilato etoxilado

**Bis-GMA** = Bisfenol A glicidil dimetacrilato

**°C** = Grau Celsius

**CAD** = Desenho assistido por computador (Computer-aided design)

**CAM** = Manufatura assistida por computador (computer-aided manufacturing)

**CD** = Celtra Duo

**CNPEM** = Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais

**CT** = Connecticut

**Corp.** = Corporation (corporaco)

**EUA** = Estados Unidos da Amrica

**F** = Fora

**FOA** = Faculdade de Odontologia de Araatuba

**AHF** = cido fluordrico

**HT** = High Translucency (Alta translucidez)

**LU** = Lava Ultimate

**LED** = Light Emitting Diode (Diodo emissor de luz)

**LSCM** = Laser Scanning Confocal Microscope

**MEV** = Microscopia Eletrnica de Varredura

**m** = metros

**mm<sup>2</sup>** = Milmetros quadrados

**Mpa** = MegaPascal

**N** = Newton

**PVC** = Policloreto de Vinila

**PR** = Paraná

**Prof.** = Professor

**Profa.** = Professora

**Ra** = Desvio médio aritmético do perfil avaliado

**Rz** = Altura máxima do perfil

**Ru** = Resistência de união

**SC** = Santa Catarina

**SEM** = Scanning Electronic Microscope (Microscópio Eletrônico de Varredura)

**SP** = São Paulo

**Seg.** = Segundos

**T** = Translucency (Translucidez)

**TEGDMA** = Dimetacrilato de Trietileno Glicol

**Tit.** = Titular

**UNESP** = Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

**UDMA** = Uretano Dimetacrilato

**VE** = Vita Enamic

**μL** = micro Litro

**μN** = micro Newton

**μM** = micro metro

**3D** = Tridimensão

$\Delta G_{sws}$  = Energia livre total de interação entre a superfície e água

$\gamma^{LW}$  = Componente dispersivo de energia de superfície

$\gamma^{AB}$  = Componente ácido-base de energia de superfície

$\gamma^{\text{Total}}$  = Total de energia de superfície de material

$\gamma_s$  = Energia livre de superfície

s = Referência para sólido

L = Referência para líquido

w = Referência para água

## SUMÁRIO

Introdução	25
Materiais e Métodos	28
Resultados	36
Discussão	43
Conclusão	52
Referências	53
Anexo A	90

**Internal characterization of indirect restorative materials with different surface etching protocols.**

**Running Title**

G Queiroz-Lima; AT Maluly-Proni; HB Strazzi Sahyon; ANK Konno; JA Delben; PH dos Santos

Authors:

1- DDS, MS Glívia Queiroz Lima

Department of Restorative Dentistry. São Paulo State University (UNESP), Araçatuba School of Dentistry.

R. José Bonifácio, 1193. Vila Mendonça, 16015-050 - Aracatuba, SP – Brasil.

2- DDS, MS, PhD Ana Tereza Maluly Proni

Department of Dental Materials and Prosthodontics. São Paulo State University (UNESP), Araçatuba School of Dentistry.

R. José Bonifácio, 1193. Vila Mendonça, 16015-050 - Aracatuba, SP – Brasil.

3- DDS, MS, PhD Henrico Badaoui Strazzi Sahyon. Department of Dental Materials and Prosthodontics.

Department of Dental Materials and Prosthodontics. São Paulo State University (UNESP), Araçatuba School of Dentistry.

R. José Bonifácio, 1193. Vila Mendonça, 16015-050 - Aracatuba, SP – Brasil.

4- Alysson Noriyuki Kajishima Konno. Private Clinic. São Paulo – SP. Brazil

R. José Bonifácio, 1193. Vila Mendonça, 16015-050 - Aracatuba, SP – Brasil.

5- PhD Juliana Aparecida Delben

The Western Paraná State University – Unioeste, Cascavel – Paraná.



R. Universitária, 1619. Universitário, 85819-110 - Cascavel - PR – Brasil.

6- PhD Paulo Henrique dos Santos

Department of Dental Materials and Prosthodontics. São Paulo State University  
(UNESP), Araçatuba School of Dentistry

R. José Bonifácio, 1193. Vila Mendonça, 16015-050 - Aracatuba, SP – Brasil.

Corresponding author:

Prof. Ass. Paulo Henrique dos Santos

São Paulo State University (UNESP), Araçatuba School of Dentistry.

Department of Dental Materials and Prosthodontics.

R. José Bonifácio, 1193

Vila Mendonça

16015-050 - Aracatuba, SP - Brasil

Fone: +55 (18) 36362802

E-mail: paulo.santos@unesp.br

**\*Formatado de acordo com o periódico Journal Operative Dentistry (ISSN: 1559-2863).**

## INTRODUÇÃO

A procura pela mimetização da estrutura dentária natural aumentou significativamente a utilização de materiais restauradores indiretos, especialmente das cerâmicas odontológicas, não somente na região anterior da maxila para a melhora da estética do sorriso,<sup>1</sup> mas também em casos de reabilitações orais complexas. Como a fabricação de restaurações indiretas pela tecnologia CAD-CAM oferece vantagens versáteis, como economia de tempo e eliminação de potenciais fontes de erro, a crescente disseminação do fluxo de trabalho digital é uma tendência próxima.<sup>2,3</sup>

Atualmente, o desenvolvimento de novos materiais CAD-CAM é um dos campos mais ativo da indústria odontológica. Muitos materiais restauradores indiretos estão atualmente disponíveis, com diferentes propriedades mecânicas e físicas, cuja estética depende de fatores como: tamanho, forma, cor, textura superficial, translucidez e características ópticas do material.<sup>4,5</sup> Dentre os materiais disponíveis no mercado, as cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio são extensamente utilizadas para a confecção de restaurações anteriores e posteriores, e possuem boas propriedades ópticas e mecânicas. Novos materiais têm surgido como alternativa para as restaurações indiretas, como o monossilicato de lítio que se caracteriza como silicato de lítio reforçado por zircônia, resina nanocerâmica e a cerâmica híbrida, que é uma cerâmica infiltrada por uma rede polimérica.<sup>4</sup>

O material Celtra Duo (Dentsply Sirona) é um monossilicato de lítio contendo 10% de dióxido de zircônio, dissolvidos totalmente na matriz de vidro, que pertence à classe de "cerâmicas de vidro de alta resistência". Sua boa resistência flexural é resultado da adição de dióxido de zircônia na composição.<sup>6</sup> Já o material Lava Ultimate (3M Espe) é caracterizado como uma resina nanocerâmica, que possui partículas cerâmicas de sílica e zircônia de tamanho nanométrico e nanoaglomerados (nanoclusters) em uma rede de

resina altamente reticulada. A combinação de nanopartículas de sílica e zircônia com nanoaglomerados de zircônia-sílica reduz o espaço entre as partículas de carga.<sup>6,7</sup> A parte inorgânica constitui aproximadamente 80% do material (69% de SiO<sub>2</sub>, 31% de ZrO<sub>2</sub>), enquanto que a parte orgânica (UDMA e Bis-EMA) constitui cerca de 20% do material.<sup>6,7</sup>

O material Vita Enamic é composto por uma parte de cerâmica (75% em volume, 86% em peso) e uma parte de polímero (25% em volume). A sua fase de cerâmica é constituída por uma matriz feldspática porosa, enquanto sua parte polimérica é constituída por UDMA e TEGDMA. É formado pela penetração da fase cerâmica pré-sinterizada no polímero.<sup>6,7</sup> Há relatos científicos de que a combinação de fases de cerâmica e polímero confere estabilidade a esses materiais, resistência à flexão, elasticidade e dureza semelhante à estrutura natural do dente.<sup>6,8</sup> A presença de uma rede polimérica ajudaria a absorver mais as tensões mastigatórias do que as cerâmicas vítreas.<sup>6</sup> Tem sido relatado que cerâmicas infiltradas com polímero têm uma resistência à flexão de aproximadamente 150 MPa, enquanto as resinas nanocerâmicas têm uma resistência à flexão de 200 MPa.<sup>6,7</sup><sup>9, 10</sup> Suas diferenças químicas devido à composição do material e ao mecanismo de ligação matriz orgânica e inorgânica podem causar resistência variada à degradação mecânica e química dos materiais.<sup>10, 11</sup>

Cerâmicas infiltradas com polímeros e resinas nano-cerâmicas são relatadas como tendo várias vantagens em comparação com materiais restauradores convencionais, no entanto, informações disponíveis sobre as propriedades desses materiais após um período de uso prolongado são limitadas.<sup>10,11</sup> Um dos fatores que determinam a durabilidade da restauração é a correta união material restaurador e agente de cimentação. Para diferentes tipos de materiais, são sugeridos procedimentos específicos de pré-tratamento de superfície para otimizar sua capacidade de umedecimento e posterior ligação ao cimento resinoso. O pré-tratamento mais comum para cerâmicas vítreas é o condicionamento com

ácido fluorídrico seguido de aplicação de silano.<sup>12</sup> No entanto, para materiais à base de resina, é também indicado o jateamento de óxido de alumínio como pré-tratamento, seguido da aplicação de silano.<sup>13</sup> Os tratamentos mais sugeridos para estes materiais são uma combinação de tratamento mecânico (sandblasting) e químico (monômeros fosfóricos) ou a aplicação de revestimento de sílica combinada com o uso de silano.<sup>14,15</sup> Assim, na maioria das aplicações, tratamentos para limpeza e criação de irregularidades superficiais são seguidos pela aplicação de um agente de ligação químico.

No entanto, pouco se sabe na literatura acerca da melhor combinação de tratamento mecânico e químico na superfície destes materiais, incluindo a concentração e tempo ideal de aplicação do condicionamento com ácido fluorídrico. Um condicionamento com ácido fluorídrico maior que o ideal poderia ocasionar enfraquecimento do material, união insuficiente com o agente de cimentação, com consequente diminuição da resistência de união.<sup>16</sup>

Sendo assim, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do pré tratamento com ácido fluorídrico com diferentes tempos e concentrações nas características de superfície (rugosidade, ângulo de contato, energia de superfície e energia livre total de interação – Delta G) de materiais restauradores indiretos (cerâmica híbrida, monossilicato de lítio reforçado por zircônia e resina nanocerâmica) e resistência de união destes materiais a um cimento resinoso. As hipóteses nulas testadas foram: (1) Não haverá diferença entre os diferentes tratamentos de superfície na caracterização superficial e resistência de união de um cimento resinoso aos diferentes materiais estudados, e (2) não haverá diferença entre os diferentes materiais restauradores estudados, independente do tratamento de superfície realizado, na caracterização de superfície e resistência de união a um cimento resinoso.

## REFERÊNCIAS

1. Murillo-Gómez F, Palma-Dibbc RG, De Goes MF (2018) Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials *Dental Materials Journal* **34(6)** 944-955.
2. Baroudi K & Ibraheem SN (2015) Assessment of Chair-side Computer-Aided Design and Computer-Aided Manufacturing Restorations: A Review of the Literature *Journal International Oral Health* **7(4)** 96-104.
3. Alghazzawi TF (2016) Advancements in CAD/CAM technology: Options for practical implementation *Journal Prosthodontic Research* **60(2)** 72-84.
4. Dede DÖ, Ceylan G & Yilmaz B (2017) Effect of brand and shape of resin cements on the final color of lithium disilicate ceramic *Journal Prosthetic Dentistry* **117(4)** 539-544.
5. Jurisic S, Jurisic G & Zlataric DK (2015) In vitro evaluation and comparison of the translucency of two different all-ceramic systems *Acta Stomatol Croat* **49(3)** 195-203.
6. He LH & Swain MV (2011) A novel polymer infiltrated ceramic dental material *Dental Materials* **27(6)** 527-534
7. Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK & Lassila LVJ (2018) Does artificial aging affect mechanical properties of CAD/CAM composite materials *Journal Prosthodontic Research* **62(1)** 65-74.
8. Awada A & Nathanson D (2015) Mechanical properties of ceramic resin CAD / CAM restorative materials *Journal Prosthetic Dentistry* **114(4)** 587-593.
9. Coldea A, Swain MV & Thiel N (2013) Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials *Dental Materials* **29(4)** 419-426.
10. Spitznagel FA, Horvath SD, Guess PC & Blatz MB (2014) Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **26(6)** 382-393.

11. Krejci I & Daher R (2017) Stress distribution difference between Lava Ultimate full crowns and IPS e.max CAD full crowns on a natural tooth and on tooth-shaped implant abutments *Odontology* **105(2)** 254-256.
12. Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP & Burrow MF (2014) Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials *Dental Materials* **30(7)**147-162.
13. Luthra R & Kaur P (2016) An insight into current concepts and techniques in resin bonding to high strength ceramics *Australian Dental Journal* **61(2)** 163-173.
14. Ozcan M & Bernasconi M (2015) Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis *Journal Adhesive Dentistry* **17(1)** 7-26.
15. Barutçigil K, Barutçigil C, Kul E, Özarıslan MM 7 Buyukkaplan US (2016) Effect of Different Surface Treatments on Bond Strength of Resin Cement to a CAD/CAM Restorative Material *Journal of Prosthodontic* **28(1)** 71-78.
16. Straface A, Rupp L, Gintaute A, Fischer J, Zitzmann NU & Rohr N (2019) HF etching of CAD/CAM materials: influence of HF concentration and etching time on shear bond strength *Head & Face Medicine* **15(1)** 21-31.
17. Harnett EM, Alderman J & Wood T (2007) The surface energy of various biomaterials coated with adhesion molecules used in cell culture *Colloids and Surface B: Biointerfaces* **55(1)** 90-97.
18. Van Oss CJ (1995) Hydrophobicity of biosurfaces - origin, quantitative determination and interaction energies *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* **5(4)** 91-110.
19. Knorr SD, Combe EC, Wolff LF & Hodges JS (2005) The surface free energy of dental gold-based materials *Dental Materials* **21(3)** 272-277.
20. Strasser T, Preis V, Behr M & Rosentritt M (2018) Roughness, surface energy and surface damage of CAD / CAM materials after surface treatment *Clinical Oral Investigations* **22(8)** 2787- 2797.

21. Ramakrishnaiah R, Alkheraif AA, DD Divakar, Matinlinna JP & Vallittu PK (2016) The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics *International Journal of Molecular Science* **17(6)** 822-845.
22. Barutcigil K, Barutcigil Ç, Kul E, Özarslan MM & Buyukkaplan US (2019) Effect of different surface treatments on bond strength of resin cement to a CAD/CAM restorative material *Journal of Prosthodontics* **28(1)** 71-78.
23. Peumans M, Valjakova EB, De Munck J, Mishevskaja CB & Van Meerbeek B (2016) Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials *Journal Adhesive Dentistry* **18(4)** 289-302.
24. Kim JE, Kim JH, Shim JS, Roh BD & Shin Y (2017) Effect of air-particle pressures on the surface topography and bond strengths of resin cement to hybrid ceramics *Dental Materials Journal* **36(4)** 454-460.
25. Yoshida F, Tsujimoto A, Ishii R, Nojiri K, Takamizawa T, Miyazaki M & Latta MA (2015) Influence of surface treatment of contaminated lithium disilicate and leucite glass ceramics on surface free energy and bond strength of universal adhesives *Dental Materials Journal* **34(6)** 855-862.
26. Venturini AB, Prochnow C, Rambo D, Gundel A & Valandro LF (2015) Hydrofluoric acid concentration effect on resin adhesion to feldspathic ceramic *Journal Adhesive Dentistry* **17(4)** 313-320.
27. Lung CY & Matinlinna JP (2012) Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview *Dental Materials* **28(5)** 467-477.

28. Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD & Monaco EA Jr (2010) The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement *The Journal Prosthetics Dentistry* **103(4)** 210-220
29. Ozcan M & Volpato CA (2015) Surface conditioning protocol for the adhesion of resin-based materials to glassy matrix ceramics: How to condition and why? *Journal Adhesive Dentistry* **17(3)** 292–293.
30. Matinlinna JP & Vallittu PK (2007) Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces-an insight review of the chemical aspects on surface conditioning *Journal of Oral Rehabilitation* **34(8)** 622–630.
31. Ho GM & Matinlinna JP (2011) Insights on ceramics as dental materials. Part II: Chemical surface treatments *Silicon* **3(3)** 117–123.
32. Mittal KL (1997) The role of the interface in adhesion phenomena *Polymer Engineering and Science* **17(7)** 467-473.
33. Della-Bona A (2005) Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II - the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography *Journal of Applied Oral Science* **13(2)** 101-109.
34. Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M & Finger WJ, Arksornnukit M (2014) Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM *Dental Materials Journal* **33(5)** 705-710.
35. Ruse ND & Sadoun MJ (2014) Resin-composite blocks for dental CAD/CAM applications *Journal of Dental Research* **93(12)** 1232-1234.
36. Ritzberger C, Schweiger M & Höland W (2016) Principles of crystal phase formation in Ivoclar Vivadent glass-ceramics for dental restorations *Journal of Non-Crystalline Solids* **432(1)** 137-142.



37. Cekic-Nagas I, Ergun G, Egilmez F, Vallittu PK & Lassila LV (2016) Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials *Journal Prosthodontic Research* **60(4)** 265-273.
38. Calamia J, Vaidyanathan J, Vaidyanathan TK & Hirsch SM (1985) Shear bond strength of etched porcelains *Journal of Dental Research* **66(9)** 1460-1465.
39. Chaiyabutr Y, McGowan, S, Phillips KM, Kois JC & Giordano RA (2008) The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic *The Journal of Prosthetic Dentistry* **100(3)** 194-202.
40. Chen TM & Brauer GM (1982) Solvent effects on bonding organo-silane to silica surfaces *Journal of Dental Research* **61(12)** 1439-1443.
41. Della-Bona A & van Noort R (1995) Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic *Journal of Dental Research* **74(9)** 1591-1596.
42. Krejci I & Daher R (2017) Stress distribution difference between Lava Ultimate full crowns and IPS e.max CAD full crowns on a natural tooth and on tooth-shaped implant abutments *Odontology* **105(2)** 254-256.
43. Belli R, Geinzer E, Muschweck A, Petschelt A & Lohbauer U (2014) Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations *Dental Materials* **30(4)** 424-32.
44. Soares CJ, Giannini M, Oliveira MT, Paulillo LA & Martins LR (2004) Effect of surface treatments of laboratory-fabricated composites on the microtensile bond strength to a luting resin cement *Journal of Applied Oral Science* **12(1)** 45-50.
45. Lise DP, Van Ende A, De Munck J, Vieira L, Baratieri LN & Van Meerbeek B (2017) Microtensile bond strength of composite cement to novel CAD/CAM materials as a function of surface treatment and aging *Operative Dentistry* **42(1)** 73-81.

46. Campos F, Almeida CS, Rippe MP, de Melo RM, Valandro LF & Bottino MA (2016) Resin bonding to a hybrid ceramic: effects of surface treatments and aging *Operative Dentistry* **41(2)** 171-178.
47. Reymus M, Roos M, Eichberger M, Edelhoff D, Hickel R & Stawarczyk B (2019) Bonding to new CAD/CAM resin composites: influence of air abrasion and conditioning agents as pretreatment strategy *Clinical Oral Investigation* **23(2)** 529-538.
48. Sturz CR, Faber FJ, Scheer M, Rothamel D & Neugebauer J (2015) Effects of various chair-side surface treatment methods on dental restorative materials with respect to contact angles and surface roughness *Dental Materials Journal* **34(6)** 796-813.
49. Amaya-Pajares SP, Ritter AV, Vera Resendiz C, Henson BR, Culp L & Donovan TE (2016) Effect of finishing and polishing on the surface roughness of four ceramic materials after occlusal adjustment *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **28(6)** 382-396.
50. Al-Shammery HA, Bubb NL, Youngson CC, Fasbinder D & Wood DJ (2007) The use of confocal microscopy to assess surface roughness of two milled CAD-CAM ceramics following two polishing techniques *Dental Materials* **23(6)** 736-41.
51. Wennerberg A, Ohlsson R, Rosen BG & Andersson B (1996) Characterizing three-dimensional topography of engineering and biomaterial surfaces by confocal laser scanning and stylus techniques *Medical Engineering & Physics* **18(7)** 548-556.
52. Della-Bona A & Anusavice KJ (2002) Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics *The International Journal Prosthodontic* **15(2)** 159-167.
53. Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET & McCabe JF (2011) Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic *Brazilian Dental Journal* **22(1)** 45-50.

54. Della-Bona A1, Anusavice KJ & Hood JA (2002) Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement *The International Journal Prosthodontic* **15(3)** 248–253.