



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**  
Campus de São José dos Campos  
Instituto de Ciência e Tecnologia

**MURILO ROCHA RODRIGUES**

**INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE QUEIMA DE CRISTALIZAÇÃO NA  
ADESÃO DE UMA VITROCERÂMICA APÓS ENVELHECIMENTO  
HIDROTÉRMICO**

2021

**MURILO ROCHA RODRIGUES**

**INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE QUEIMA DE CRISTALIZAÇÃO  
NA ADESÃO DE UMA VITROCERÂMICA APÓS  
ENVELHECIMENTO HIDROTÉRMICO**

Dissertação apresentada ao Instituto do Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese dentária. Linha de Pesquisa: Desempenho de Materiais Reabilitadores Protéticos.

Orientador: Prof. Assoc. Tarcisio José de Arruda Paes Junior

Coorientador: Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho

São José dos Campos

2021

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2021]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Rodrigues, Murilo Rocha

Influência do processo de queima de cristalização na adesão de uma vitrocerâmica após envelhecimento hidrotérmico / Murilo Rocha Rodrigues. - São José dos Campos : [s.n.], 2021.  
54 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2021.

Orientador: Tarcisio Jose de Arruda Paes Junior

Coorientador: Rodrigo Furtado De Carvalho

1. Vitrocerâmicas. 2. Adesão. 3. Silicato de lítio. 4. Dióxido de zircônio.  
I. Junior, Tarcisio Jose de Arruda Paes, orient. II. De Carvalho, Rodrigo Furtado, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Assoc. Tarcisio José de Arruda Paes Junior** (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

**Prof. Assoc. Lafayette Nogueira Junior**

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

**Profa. Dra. Nathalia de Carvalho Ramos Ribeiro**

Universidade São Francisco (USF)

Campus de Bragança Paulista

São José dos Campos, 28 de Junho de 2021.



## ***AGRADECIMENTOS***

A Deus, pela vida, proteção e oportunidade de realizar tantos projetos e sonhos. A meus pais e irmãs, por todo amor, cuidado e incentivo. Sinto-me orgulhoso e privilegiado por ter vocês. E aos demais familiares, pelo carinho e gentileza. Ao Professor Tarcísio José de Arruda Paes Junior, pela orientação, competência e profissionalismo tão importantes. Ao Professor Rodrigo Furtado de Carvalho, pela gentil e relevante colaboração com esta dissertação. Tornou-se um amigo e um grande incentivador para o meu ingresso na UNESP. A agência de fomentos CAPES, pelos auxílios concedidos, que foram fundamentais para a conclusão deste trabalho. Aos demais docentes do Mestrado da UNESP e a todos os funcionários da instituição, pela dedicação e conhecimento compartilhado. Aos colegas da UNESP, obrigado pelo convívio e apoio e, em especial, aos amigos Jefferson Matos, Guilherme Scalzer, Leonardo Jiro, Mateus Favero, Manassés Tercio, Natália Rossi e à minha turma de Mestrado em Odontologia Restauradora pelos bons momentos compartilhados.

Por fim, a todos aqueles que contribuíram para a realização desta dissertação, o meu sincero agradecimento.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>7</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>9</b>
<b>LISTA DE QUADROS.....</b>	<b>10</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....</b>	<b>11</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>13</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>14</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>15</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>18</b>
<b>2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS.....</b>	<b>18</b>
<b>2.2 Adesão .....</b>	<b>19</b>
<b>2.3 Envelhecimento hidrotérmico .....</b>	<b>21</b>
<b>2.4 Microcissalhamento.....</b>	<b>22</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>24</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>25</b>
<b>4.1 Materiais utilizados .....</b>	<b>25</b>
<b>4.2 Teste de microcissalhamento .....</b>	<b>26</b>
<b>4.2.1 Obtenção dos espécimens .....</b>	<b>26</b>
<b>4.2.2 Preparo dos corpos de prova e cimentação .....</b>	<b>29</b>
<b>4.2.3 Envelhecimento hidrotérmico.....</b>	<b>32</b>
<b>4.2.4 Teste de microcissalhamento (<math>\mu</math>SBS).....</b>	<b>33</b>
<b>4.2.5 Análise de falhas.....</b>	<b>34</b>
<b>4.2.6 Análise topográfica em Microscopia Eletrônica de Varredura.....</b>	<b>35</b>
<b>4.2.7 Análise dos dados.....</b>	<b>35</b>
<b>4.3 Análise de rugosidade.....</b>	<b>36</b>
<b>5 RESULTADOS.....</b>	<b>38</b>
<b>5.1 Análises topográficas.....</b>	<b>38</b>
<b>5.2 Teste de microcissalhamento .....</b>	<b>39</b>

<b>5.3 Análises de Falhas após o ensaio de microcisalhamento.....</b>	<b>42</b>
<b>5.4 Rugosidade.....</b>	<b>42</b>
<b>6 DISCUSSÃO.....</b>	<b>47</b>
<b>7 CONCLUSÃO.....</b>	<b>50</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>51</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Corte dos espécimes.....	25
Figura 2 – Polimento dos espécimes.....	26
Figura 3 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para o Teste de Microcisalhamento .....	26
Figura 4 – Utilização do silano Monobond N.....	28
Figura 5 – Espécime cerâmico embutido em resina acrílica, matrizes Tygon e suas dimensões e fixação das matrizes superficiais da cerâmica.....	29
Figura 6 – Confeção dos cilindros de cimento resinoso.....	30
Figura 7 – Termocicladora utilizada no estudo.....	31
Figura 8 – Montagem na máquina universal de ensaio para realização do teste de adesão.....	32
Figura 9 – Ensaio mecânico de resistência de união.....	33
Figura 10 – Representação das localidades das leituras realizadas para análise da rugosidade dos espécimes cerâmico.....	36
Figura 11 – Grupos sem o condicionamento ácido 5%.....	38
Figura 12 – Grupos com o condicionamento ácido 5%.....	39

Figura 13 – Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidadenos grupos.....40

Figura 14 – Porcentagem dos tipos de falhas, segundo os grupos.....42

Figura 15 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade do parâmetro Ra para os grupos sem condicionamento ácido.....44

Figura 16 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade do parâmetro Rz para os grupos sem condicionamento ácido.....44

Figura 17 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade média Ra para os grupos com condicionamento ácido.....46

Figura 18 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade do parâmetro Rz para os grupos com condicionamento ácido.....46

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – ANOVA 2-fatores para os dados.....	41
Tabela 2 – Média e desvio-padrão (dp) dos grupos experimentais.....	41
Tabela 3 – Média $\pm$ desvio padrão dos dados iniciais de rugosidade, em $\mu\text{m}$ , e grupamentos homogêneos do teste de Tukey para os grupos experimentais sem condicionamento com ácido fluorídrico.....	43
Tabela 4 – Média $\pm$ desvio padrão dos dados iniciais de rugosidade, em $\mu\text{m}$ , e grupamentos homogêneos do teste de Tukey para os grupos experimentais com condicionamento ácido 5%.....	45

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Materiais utilizados.....	24
Quadro 2 – Ciclo de queima de cristalização para o material Celtra Duo.....	27
Quadro 3 – Ciclo de queima de cristalização para o material IPS e.max® CAD.....	27

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD/CAM	Computer-aided design/Computer-aided manufacturing
Dp	Desvio padrão
HF	Hidrofluorídrico
Kgf	Kilograma Força
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
min	Minutos
mm	Milímetros
Mpa	Mega Pascal
N	Newtons
°C	Graus Celsius
Ra	Rugosidade média
Rz	Altura média
s	Segundos



Rodrigues MR. Influência do processo de queima de cristalização na adesão de uma vitrocerâmica após envelhecimento hidrotérmico [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2021.

## RESUMO

Esse estudo avaliou a influência do processo de queima de cristalização e degradação hidrotérmica na resistência união entre vitrocerâmicas à base de (di)silicato de lítio e o cimento resinoso. Foram confeccionados 90 blocos cerâmicos: 60 blocos de silicato de lítio reforçado por zircônia – Celtra Duo (Dentispaly-Sirona, Bensheim, Alemanha) e 30 em dissilicato de lítio - IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent Ltda, Schaan, Liechtenstein), nas dimensões 13 x 15 x 1,5 mm. As amostras foram divididas em 6 grupos, com e sem envelhecimento, de forma randomizada: Celtra S – Celtra sem queima; Celtra C – Celtra com queima; E – IPS E.max CAD; Celtra SE – Celtra sem queima e com envelhecimento; Celtra CE – Celtra com queima e com envelhecimento; EE – IPS E.max CAD com envelhecimento. A superfície das cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% durante 30 segundos (Celtra Duo) e 20 segundos (IPS e.max), em seguida foi feita a aplicação do agente de união silano Monobond-N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Para cada bloco, foram confeccionados 6 cilindros de 1 mm de diâmetro e 2 mm de altura de cimento resinoso para o teste de microcisalhamento. O teste de microcisalhamento foi realizado na máquina de ensaio universal DL 1000 (EMIC, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil), com célula de carga de 50 kgf e velocidade de 0,5 mm/min. Os tipos de falhas foram analisados através do estereomicroscópio (Microscopia óptica ZEISS MC 80 DX) e microscópio eletrônico de varredura (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japan). Foi realizado o teste de rugosidade (Ra e Rz) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies cerâmicas. Os valores de resistência de união (n=10) e rugosidade (n=10) foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico ANOVA 2-fatores, seguido do teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). O teste de microcisalhamento indicou que a condição sem cristalização apresentou resultados superiores aos demais grupos onde mostrou diferença estatisticamente significativa ( $p=0,000$ ). O envelhecimento hidrotérmico foi responsável pela diminuição dos valores de resistência de união para todos os grupos estudados. Conclui-se que o processo de queima de cristalização e degradação hidrotérmica geraram diminuição da resistência adesiva entre esses dois substratos.

Palavras-chave: Vitrocerâmicas. Adesão. Silicato de lítio. Dióxido de zircônio.

Rodrigues MR. *Influence of the crystallization firing process on the adhesion of a glass ceramic after hydrothermal aging [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2021.*

### **ABSTRACT**

*This study evaluated the influence of the crystallization firing process and hydrothermal degradation on the bond strength between lithium (di)silicate-based glass-ceramics and resin cement. Ninety ceramic blocks were made: 60 blocks of lithium silicate reinforced by zirconia – Celtra Duo (Dentisply-Sirona, Bensheim, Germany) and 30 blocks of lithium disilicate - IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent Ltd, Schaan, Liechtenstein), in dimensions 13 x 15 x 1.5 mm. The samples were randomly divided into 6 groups, with and without aging: Celtra S – Celtra without burning; Celtra C – Celtra with firing; E – IPS E.max CAD; Celtra SE – Celtra without burning and with aging; Celtra CE – Celtra with burning and aging; EE – IPS E.max CAD with aging. The ceramic surfaces were etched with 5% hydrofluoric acid for 30 seconds (Celtra Duo) and 20 seconds (IPS e.max), then the application of the Monobond-N silane bonding agent (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) . For each block, 6 cylinders of 1 mm in diameter and 2 mm in height of resin cement were made for the microshear test. The microshear test was performed in a universal testing machine DL 1000 (EMIC, São José dos Pinhais, Paraná, Brazil), with a load cell of 50 kgf and a speed of 0.5 mm/min. The types of faults were analyzed through stereomicroscopic (optical microscope ZEISS MC 80 DX) and scanning electron microscope (Jeol-JSM-T330A-Scanning Microscope-Japan). The roughness test (Ra and Rz) and scanning electron microscopy (SEM) of the ceramic surfaces were performed. The bond strength (n=10) and roughness (n=10) values were subjected to descriptive (mean and standard deviation) and inferential statistical analysis using the 2-factor ANOVA parametric test, followed by Tukey's test ( $\alpha= 0.05$ ). The microshear test indicated that the condition without crystallization presented better results than the other groups, where it showed a statistically significant difference ( $p=0.000$ ). Hydrothermal aging was responsible for the decrease in bond strength values for all groups studied. It is concluded that the crystallization firing process and hydrothermal degradation generated a decrease in the bond strength between these two substrates.*

*Keywords: Vitroceramics. Adhesion. Lithium silicate. Zirconium dioxide.*

## 1 INTRODUÇÃO

Em razão de propriedades como alta resistência à compressão e abrasão, estabilidade química, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis, translucidez, fluorescência e coeficiente de expansão térmica próximo ao da estrutura dentária, as cerâmicas odontológicas ganharam crescente aceitação ao longo dos anos em se tratando de tratamentos restauradores protéticos (Anusavice, 2005; Gomes et al., 2008).

Em 1998, após o lançamento da vitrocerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max®, Ivoclar Vivadent Ltda, Schaan, Liechtenstein), as cerâmicas vítreas ganharam popularidade devido a suas propriedades mecânicas, melhoras na microestrutura e novos métodos de processamento. A boa qualidade estética é outro fator que contribui muito para a atratividade da cerâmica vítrea (Höland, Beall, 2012; Höland et al., 2006; Ritzberger et al., 2010). Apesar da grande aceitação e ampla utilização da vitrocerâmica de dissilicato de lítio, a evolução dos materiais odontológicos tem procurado suprimir as desvantagens remanescentes deste sistema cerâmico através do desenvolvimento de vitrocerâmicas reforçadas por cerâmicas policristalinas (Riquieri et al., 2018).

Esse material foi projetado para conter silicato de lítio como a principal fase cristalina em uma matriz vítrea reforçada com cristais de dióxido de zircônio (Rinke et al., 2016). Essas novas cerâmicas mantêm boas propriedades ópticas, são facilmente fresadas em máquinas computadorizadas por meio do sistema CAD-CAM e atingem bom acabamento superficial, uma vez que possuem grande quantidade de matriz vítrea (Krüger et al., 2013; Rinke et al., 2020). Os dois exemplos comerciais existentes de vitrocerâmica de silicato de lítio reforçadas por dióxido de zircônio são: Suprinity (Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha), material comercializado em estado parcialmente

cristalizado, sendo que isso requer um ciclo térmico adicional em um forno, e a CELTRA Duo (Dentsply-Sirona, Bensheim, Alemanha), material que já se encontra em fase final de cristalização, podendo ou não ser levado ao forno antes da cimentação (Silva et al., 2017).

A efetividade nos resultados de tratamentos por restaurações indiretas se vincula a procedimentos de cimentação adequados, os quais são dependentes de fatores como: material cerâmico, tratamento de superfície e agente cimentante (Boscato, 2005; Della-Bona et al., 2000; Matinlinna, Vallittu, 2007). O tratamento da superfície cerâmica não é padrão para todos os tipos cerâmicos. Há tratamentos de superfície realizados com ácidos para cerâmicas com grande quantidade de matriz vítrea (cerâmicas ácido sensíveis), e tratamentos de superfícies realizados com jateamento de micropartículas para cerâmicas com grande quantidade de matriz cristalina (cerâmicas ácido resistentes). Nesse sentido, um tratamento que permite melhores resultados de resistência de união a uma cerâmica pode não permitir o mesmo resultado a outra cerâmica com composição química distinta (Boscato, 2005; Della-Bona et al., 2000; Matinlinna, Vallittu, 2007).

Antes da cimentação adesiva, recomenda-se o uso de substâncias químicas como o agente de união silano, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, que propicia uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente de união aplicado sobre a superfície cerâmica por meio de uniões siloxanas (Brentel et al., 2007; Della-Bona, Anusavice, 2002). A união química promovida pelo silano é o principal mecanismo de adesão entre algumas cerâmicas e cimentos resinosos. Soma-se a isso, o fato do silano aumentar a energia de superfície do substrato cerâmico e melhorar o molhamento do cimento, otimizando a interação microscópica entre este e a cerâmica (Goes, 1998). A efetividade do silano pode variar de acordo com a marca comercial e com a forma e o tempo de

armazenagem do produto, devido à sua instabilidade química (Fabianelli et al., 2010).

Os cimentos resinosos foram introduzidos como uma alternativa às opções de cimentação tradicionais. A introdução destes cimentos resinosos simplificou o processo de cimentação e diminuiu o tempo de trabalho profissional. Outra vantagem é a redução da sensibilidade pós-operatória (Ferracane et al., 2011). Porém, tais vantagens não são relevantes se o cimento resinoso não apresentar uma união adequada à prótese.

Na cavidade oral, as alterações químicas na interface marginal são evidentes e demonstradas através da descoloração ao longo do tempo (Prati et al., 1990). Nesse sentido, em estudos *in vitro*, faz-se necessário a utilização de métodos que propiciem o envelhecimento das amostras para que se tenham resultados aproximados aos dos eventos que ocorrem em meio bucal.

Por tudo isso, o aprofundamento dos conhecimentos relacionados ao comportamento destes materiais gerarão ferramentas que propiciarão a ampliação dos conhecimentos e o aprimoramento dos materiais, na busca por gradativas melhoras nos resultados de aplicabilidade prática.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Cerâmicas odontológicas

As cerâmicas odontológicas tem se tornado cada vez mais versáteis, atendendo uma ampla gama de indicações clínicas, isso devido a características como a alta resistência, estabilidade química, estética favorável e biocompatibilidade (Anusavice, 2005; Gomes et al., 2008).

Com o advento da tecnologia de processamento cerâmico CAD/CAM, tem havido uma crescente procura dos profissionais no tocante ao uso de restaurações monolíticas fresadas, uma vez que as restaurações produzidas por meio de técnicas de estratificação são comparativamente mais propensas a fratura (Silva, 2017; Eldwakhly et al., 2019).

As cerâmicas vítreas, em destaque, o dissilicato de lítio, ganharam espaço nas áreas de prótese dentária e odontologia restauradora, sendo a principal razão para isso o fato de esse material oferecer uma boa resistência, de aproximadamente 360/400 MPa, e, além disso, por apresentar uma grande quantidade de matriz vítrea, conferindo alta estética às restaurações. Desse modo, esse material se tornou uma opção cerâmica que fornece segurança para uma ampla gama de indicações clínicas (Höland, Beall, 2012; Höland et al., 2006; Ritzberger et al., 2010).

No entanto, apesar da grande aceitação e ampla utilização da vitrocerâmica de dissilicato de lítio, com a evolução dos materiais odontológicos, as indústrias tem tentado suprimir desvantagens remanescentes deste sistema cerâmico através do desenvolvimento de cerâmicas vítreas reforçadas por cerâmicas policristalinas (Riquieri et al., 2018).

Esse material consiste em uma nova geração de cerâmica, que combina o desempenho estético das vitrocerâmicas, a propriedades mecânicas aprimoradas devido à presença de cristais de dióxido de zircônio em sua matriz vítrea (Krüger et al., 2013; Rinke et al., 2016; Monteiro et al., 2018). Além disso, a presença da matriz vítrea em sua estrutura permite que essa classe de cerâmica seja condicionada com ácido fluorídrico, mesmo com a presença de cristais de dióxido de zircônio. Isso permite a criação de retenções micromecânicas na superfície de cerâmica e melhora a resistência de união entre cimento resinoso e cerâmica, diferentemente das características observadas em cerâmicas policristalinas à base de zircônia (Monteiro et al., 2018).

Os dois exemplos comerciais existentes de vitrocerâmica de silicato de lítio reforçadas por dióxido de zircônio são: Suprinity (Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha), material comercializado em estado parcialmente cristalizado, sendo necessário um ciclo térmico adicional em um forno previamente à cimentação, e a CELTRA Duo (Dentsply-Sirona, Bensheim, Alemanha), material que já se encontra em fase final de cristalização, podendo ou não ser levado ao forno previamente a cimentação (Silva et al., 2017).

## **2.2 Adesão**

A cimentação de uma restauração protética é o último passo após uma série de procedimentos clínico e laboratoriais, como a preparação do dente, a moldagem, a obtenção de um modelo de trabalho e as etapas de confecção da restauração propriamente dita. Assim, para se obter sucesso é fundamental que os profissionais sejam criteriosos em todas as etapas do tratamento (Attia et al., 2011; Cavalcanti et al., 2009).

A longevidade de restaurações indiretas também se vincula a procedimentos de cimentação adequados, os quais dependem diretamente de fatores como: o tipo de material cerâmico utilizado na restauração, o tratamento de superfície cerâmico aplicado e os agentes de união e cimentos utilizados no processo de cimentação (Boscatto, 2005; Della-Bona et al., 2000; Matinlinna, Vallittu, 2007).

Os tratamentos de superfície existentes utilizados previamente à cimentação cerâmica não são padronizados para todos os tipos de cerâmicas existentes, logo, um tratamento de superfície que permite bons resultados de resistência de união a uma cerâmica pode não permitir o mesmo resultado a outra cerâmica com composição química distinta (Boscatto, 2005; Della-Bona et al., 2000; Matinlinna, Vallittu, 2007).

Com efeito, antes da realização de procedimentos de cimentação adesiva é recomendado a utilização de agentes de união como o silano, a fim de favorecer uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente cimentante, por meio de ligações siloxanas (Brentel et al., 2007; Della-Bona, Anusavice, 2002). A efetividade do silano pode variar de acordo com a marca comercial e com a forma e tempo de armazenagem do produto, isso devido à sua instabilidade química (Fabianelli et al., 2010).

A união química promovida pelo agente de união silano é o principal mecanismo de adesão entre cerâmicas ácido sensíveis e cimentos resinosos. Além disso, o silano é capaz de aumentar a energia de superfície do substrato cerâmico e melhorar o molhamento do cimento, o que otimiza a interação microscópica entre agente cimentante e cerâmica (Goes, 1998).

Os cimentos resinosos autoadesivos foram introduzidos no mercado odontológico como uma alternativa às opções de cimentação resinosos tradicionais. A introdução destes cimentos simplificou o processo de cimentação e diminuiu o tempo de trabalho dos profissionais, uma vez que esse produto



apresenta redução no número de etapas clínicas (Ferracane et al., 2011).

Além disso, o agente cimentante resinoso possui menor solubilidade no meio bucal, maior resistência à flexão, boa estética e melhor efetividade de união com diferentes substratos em comparação a outros cimentos (Attia et al., 2011; Cavalcanti et al., 2009). Outra vantagem é a redução da sensibilidade pós-operatória (Ferracane et al., 2011). Porém, tais vantagens não são relevantes se o cimento resinoso não apresentar uma união adequada aos substratos.

### **2.3 Envelhecimento Hidrotérmico**

O desenvolvimento de situações que simulem o envelhecimento das amostras em estudos *in vitro* é fundamental para o conhecimento do desempenho dos materiais reabilitadores. Ambientes críticos provocam alterações químico-físicas e estruturais nesses materiais, sendo uma forma de avaliar o comportamento dos mesmos quando atuando em conjunto (Gale, Darvell, 1999).

O envelhecimento hidrotérmico tem sido muito utilizado em estudos de interfaces adesivas e se baseia na exposição das amostras a temperaturas diferentes e extremas, com o fim de fadigá-las (Gale, Darvell, 1999).

As cerâmicas odontológicas apresentam coeficientes de expansão térmica diferentes dos cimentos resinosos, assim, quando esses materiais estão unidos e são submetidos a diferentes temperaturas eles se expandem e contraem de maneira distinta, o que ocasiona tensões na interface de união (Gale, Darvell, 1999).

No ambiente bucal os trabalhos restauradores são submetidos a inúmeras situações de tensão, nesse sentido é fundamental que em avaliações de materiais

reabilitadores, por meio de pesquisas científicas, sejam utilizados métodos de envelhecimentos que gerem tensões nas regiões de estudo, assim faz-se possível mensurar quantitativamente e qualitativamente o comportamento dessas matérias sob tensão (Gale, Darvell, 1999).

## 2.4 Microcislamento

A literatura científica aponta como testes de adesão “micro” amostras com área de estudo de no máximo, 1 mm<sup>2</sup>. Nesse sentido, entende-se que a obtenção de tais amostras requer métodos padronizados e criteriosos a fim de se obter resultados fiéis (Armstrong et al., 2010).

Armstrong e colaboradores, no ano de 2010, relataram que espécimes menores são "mais fortes" devido à menor probabilidade de apresentarem um defeito de tamanho crítico alinhado em uma orientação de abertura de fissura relativa à carga aplicada. Nesse sentido, testes “micro” apresentam resultados mais fiéis à realidade, uma vez que as amostras que apresentarem defeitos críticos embutidos, por serem de tamanho reduzido, apresentariam falhas pré-teste e seriam descartadas dos testes estatísticos.

Os mesmos autores ainda relataram que em um menor espécime de teste será menos provável que haja uma falha maior que leve ao seu fracasso. Portanto, uma maior força aparente é medida. Logo, quanto maior o tamanho da amostra, maior a probabilidade será a presença de uma falha maior que leve ao seu fracasso, e, portanto, uma força aparente menor é medida (Armstrong et al., 2010).

Assim, apesar da extrema dificuldade de confecção de amostras “micro”, tem-se que os resultados são mais precisos quando realizados os testes de

resistência (Armstrong et al., 2010).

Os testes de microcisalhamento consistem na utilização de amostras, nas quais são aplicadas uma força deslizando perpendicularmente à linha de união entre os materiais, fazendo com que haja o “descolamento” dos mesmos. Essa força pode ser exercida de diferentes maneiras, sendo as mais comuns, os fios e as lâminas de aço (Armstrong et al., 2010).

Ao levar-se em consideração os pontos abordados nesta revisão literária, entendeu-se a importância em avaliarem-se os comportamentos de tipos específicos de materiais cerâmicos, frente a algumas situações simuladas de degradação.

### 3 PROPOSIÇÃO

Este trabalho teve como objetivos avaliar a resistência de união entre dois tipos vitrocerâmicas e um cimento resinoso, uma de dissilicato de lítio e uma de silicato de lítio reforçada por dióxido de zircônio, nas seguintes condições: sem queima de cristalização e com queima de cristalização para a cerâmica Celtra Duo, bem como na ausência e presença de envelhecimento hidrotérmico para ambas as cerâmicas. A cerâmica de dissilicato de lítio foi utilizada como controle positivo por sua grande aceitação científica. Avaliar também os valores de rugosidade superficial das cerâmicas utilizadas, antes e após o condicionamento de superfície, previamente ao envelhecimento hidrotérmico.

As hipóteses testadas foram de que a resistência de união é maior para a condição de queima utilizada; a resistência de união é menor com o envelhecimento hidrotérmico independente da cerâmica empregada; os valores de rugosidade média ( $R_a$ ) são maiores após o condicionamento da superfície da cerâmica utilizada com ácido fluorídrico independente da cerâmica empregada.

## 4 MATERIAI E MÉTODOS

Foi utilizada como controle positivo uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max® , Ivoclar Vivadent Ltda, Schaan, Liechtenstein) devido à sua popularidade clínica e grande aceitação científica.

### 4.1 Materiais utilizados

Os materiais utilizados e suas respectivas marcas comerciais estão listados no Quadro 1.

Quadro 1 – Materiais utilizados

<b>Materiais</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Nº Lote</b>
Celtra Duo	Dentsply-Sirona, Bensheim, Alemanha	
IPS e.max® CAD	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	
Multilink® N	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	W44613
Condac porcelana 5%	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	290419
Monobond N	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Y33681

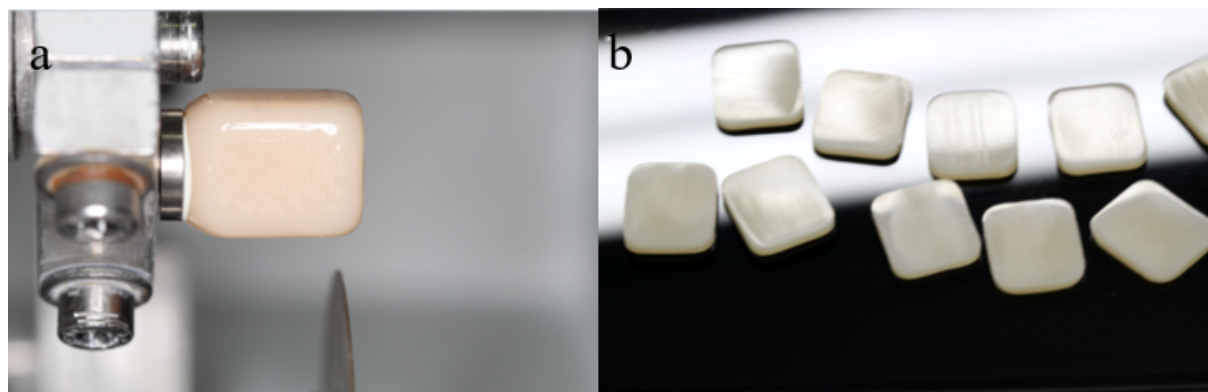
Fonte: Elaborada pelo autor.

## 4.2 Teste de microcisalhamento

### 4.2.1 Obtenção dos espécimes

Os blocos cerâmicos de silicato de lítio reforçados por zircônia Celtra Duo (Dentispaly-Sirona, Bensheim, Alemanha), e dissilicato de lítio IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram cortados com um disco de diamante sob resfriamento em água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) obtendo blocos menores (13 x 15 x 1,5 mm ) (Figura 1).

Figura 1 – Corte dos espécimes



Fonte: Elaborada pelo autor.

Os corpos de prova foram submetidos ao acabamento das superfícies de união utilizando-se lixas d'água de granulações decrescentes (800, 1200, 1500, 2000), sob resfriamento em água e uso de uma Politriz (Ecomet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) (Figura 2).

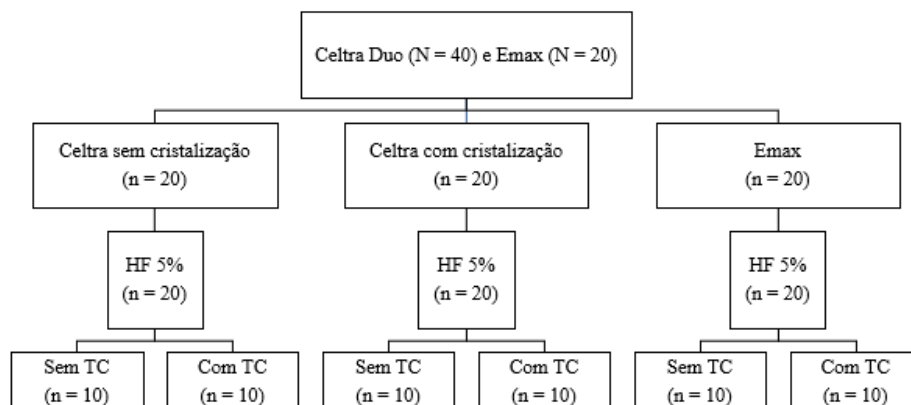
Figura 2 – Polimento dos espécimes



Legenda: Polimentos dos blocos de dimensões 13 x 15 x 1,5 mm.  
Fonte: Elaborada pelo autor.

O fluxograma da Figura 3 mostra os procedimentos realizados para os devidos grupos testados por Microcislamento.

Figura 3 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para o teste de Microcislamento



Legenda: HF: ácido fluorídrico; TC: termociclagem (envelhecimento hidrotérmico).  
Fonte: Elaborada pelo autor.

Os blocos iniciais foram distribuídos aleatoriamente e divididos em 3 grupos ( $n = 20$ ), de acordo com a cristalização ou sem: a) ausência de cristalização; b) presença de cristalização (Quadro 2); c) dissilicato de lítio (Quadro 3). Após a cristalização dos materiais, estes foram divididos quanto a ausência ou presença de envelhecimento hidrotérmico ( $n = 10$ ).

Quadro 2 - Ciclo de queima de cristalização para o material Celtra Duo

Temperatura de serviço	400°C
Tempo de fechamento	8 min
Acréscimo de temperatura	55°C/min
Temperatura de cristalização	830°C
Tempo de manutenção	10 min
Temperatura de abertura	700°C

Fonte: Elaborada pelo autor.

Quadro 3 - Ciclo de queima de cristalização para o material IPS e.max® CAD

Temperatura de serviço	403°C
Tempo de fechamento	6 min
Acrécimo de temperatura	90°C/min
Temperatura de cristalização	840°C
Tempo de manutenção	7 min
Temperatura de abertura	700°C

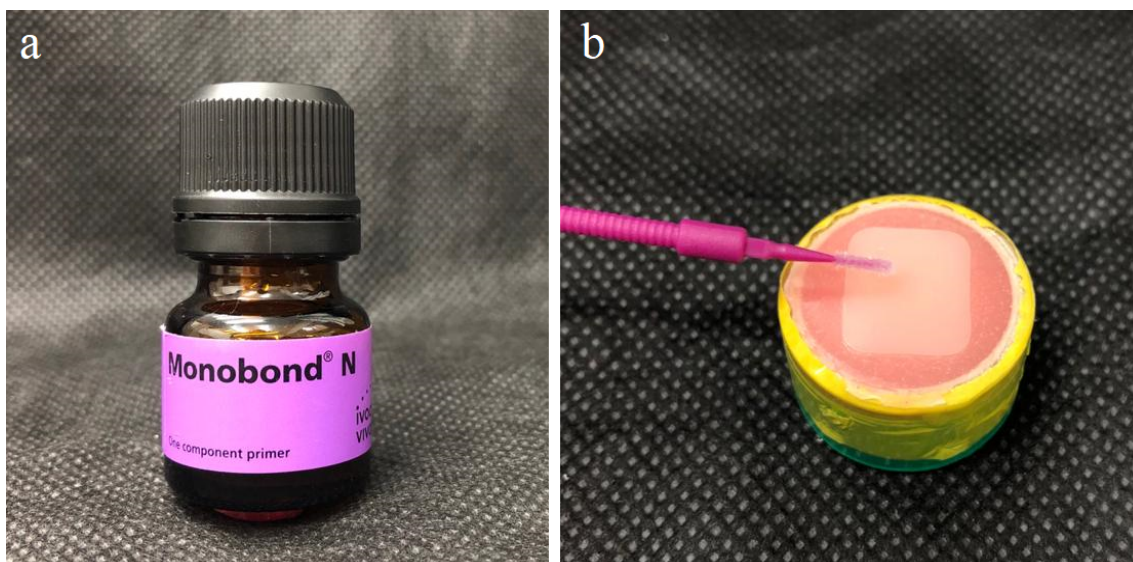
Fonte: Elaborada pelo autor.



#### 4.2.2 Preparo dos corpos de prova e cimentação

Após o polimento, as cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% por 20 s (IPS e.max CAD) e 30 s (Celtra Duo) e em seguida o ácido foi removido com aplicação abundante de spray de ar/água por 60 s. Na sequência foram submetidas à limpeza em cuba ultrassônica por 5 min e secas. Posteriormente, o agente de união silano Monobond-N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi aplicado de forma ativa sobre as superfícies durante 60 s, de acordo com as recomendações do fabricante (Figura 4).

Figura 4 – Utilização do silano Monobond N

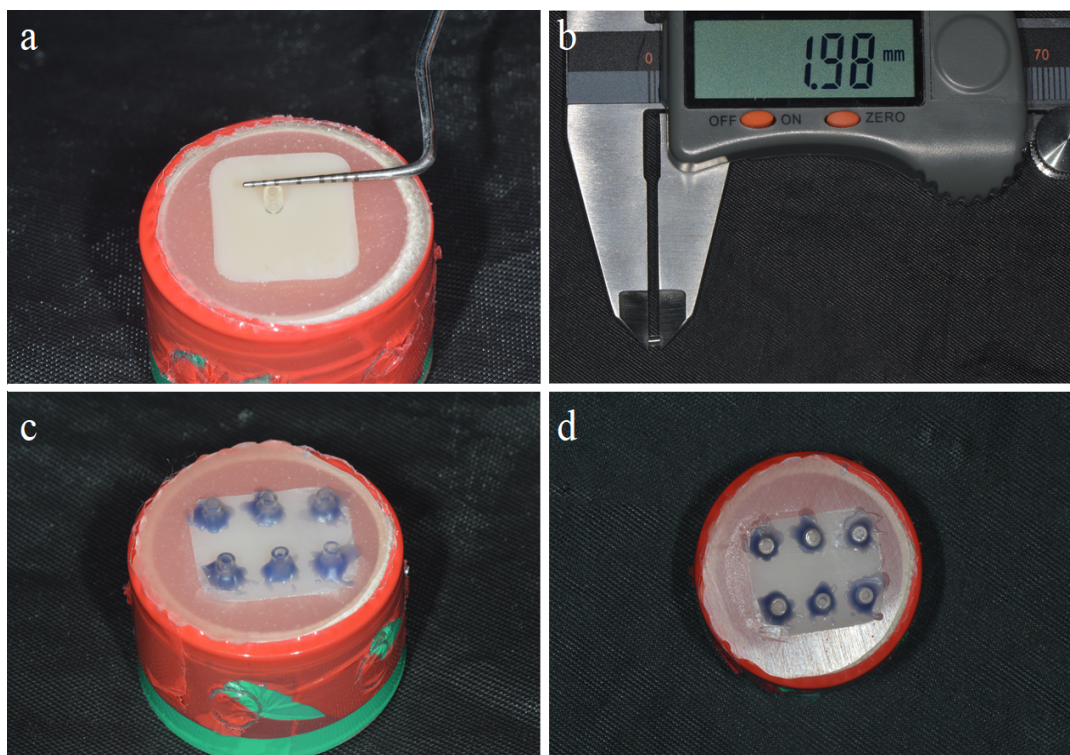


Legenda: a) Silano Monobond N; b) Inserção do silano no microbrush para aplicação na cerâmica.  
Fonte: Elaborada pelo autor.

Sobre o espécime cerâmico já fixado em um cilindro de resina acrílica

com auxílio de um delineador B2 (Bio-Art, São Carlos, São Paulo, Brasil), foram posicionadas seis matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, Flórida, EUA) de 1 mm de diâmetro interno por 2 mm de altura. Essas matrizes foram fixadas com cera utilidade (Wilson Polidental Ind. e Com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil) derretidas por um gotejador elétrico (Kota, São Paulo, São Paulo, Brasil) (Figura 5).

Figura 5 – Espécime cerâmico embutido em resina acrílica, matrizes Tygon e suas dimensões e fixação das matrizes na superfície da cerâmica

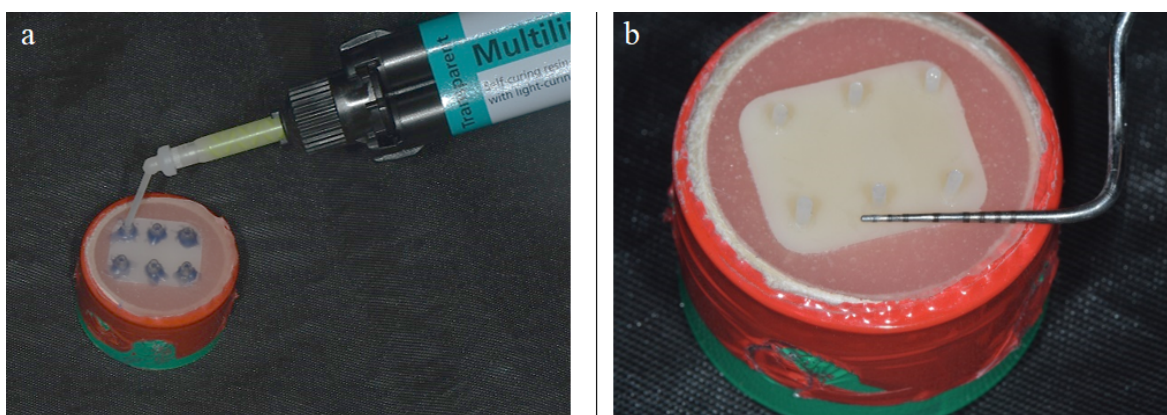


Legenda: a) Diâmetro da matriz; b) Altura da matriz; c) Matrizes fixadas com cera na superfície da cerâmica em visão frontal; d) Matrizes fixadas com cera na superfície da cerâmica em visão superior.  
Fonte: Elaborada pelo autor.

Após esse procedimento, o cimento resinoso foi inserido no interior das matrizes cilíndricas com o uso de uma ponta de inserção ultra fina (Figura 6).

Em seguida foi realizada a fotopolimerização com o aparelho fotopolimerizador LED Rádi-Cal (SDI, Pinheiros, São Paulo, Brasil), em todas as faces de cada matriz, com intensidade de 1200mW/cm e tempo de polimerização de 40 segundos. Após a polimerização final, foi retirada a cera e as matrizes (Figura 6) para posteriormente a realização do teste de microcislhamento.

Figura 6 – Confecção dos cilindros de cimento resinoso



Legenda: a) Inserção do cimento resinoso na matriz de silicone; b) Cilindros cimentados na superfície da cerâmica.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Após cimentadas, as amostras foram divididas de acordo com o envelhecimento hidrotérmico ou não. Os espécimens sem envelhecimento foram armazenados em água destilada em estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) a 37°C durante 24 horas. Logo em seguida foi realizado o teste de microcislhamento.

Toda instrumentação foi autoclavada ou desinfetada numa solução de água/etanol à 70%. A preparação das amostras foi realizada em um gabinete de biossegurança.

### 4.2.3 Envelhecimento hidrotérmico

Após a confecção dos cilindros cimentados nas superfícies das cerâmicas, os grupos foram subdivididos e metade de cada grupo ( $n=10$ ) foi submetida a ciclagem térmica de 6.000 ciclos em uma termocicladora (Biopdi, São Paulo, Brasil), (Figura 7) com temperatura variando de  $(5 \pm 1) ^\circ\text{C}$  à  $(55 \pm 1) ^\circ\text{C}$ , com 30 segundos de imersão a cada banho e 2 segundos de escoamento da água, após termociclagem os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento.

Figura 7 – Termocicladora utilizada no estudo



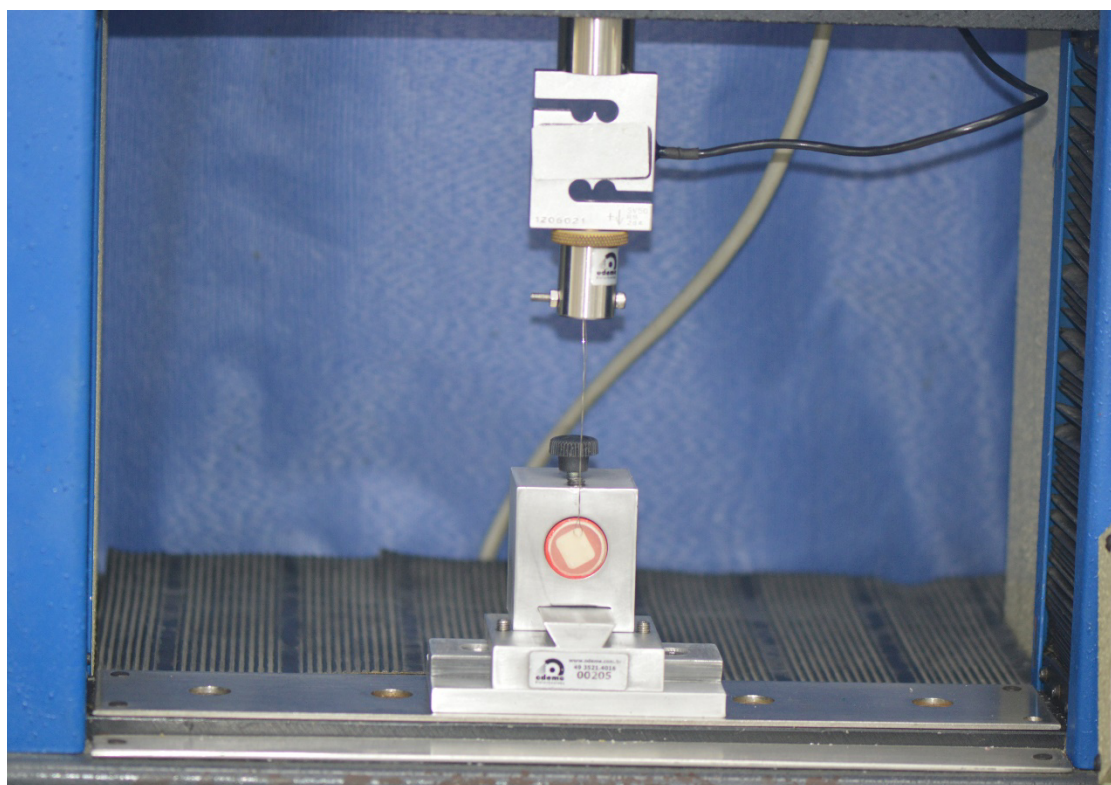
Legenda: Termocicladora Biopdi em funcionamento  
Fonte: Elaborada pelo autor.



#### 4.2.4 Teste de microcisalhamento ( $\mu$ SBS)

Para o ensaio de micro cisalhamento foi utilizado o dispositivo da Odeme Dental Research (Luzerna, Santa Catarina, Brasil) com fio de aço de 0,2 mm de diâmetro. Este foi posicionado na interface cimento/cerâmica (Figura 8).

Figura 8 – Montagem na máquina universal de ensaio para realização do teste de adesão

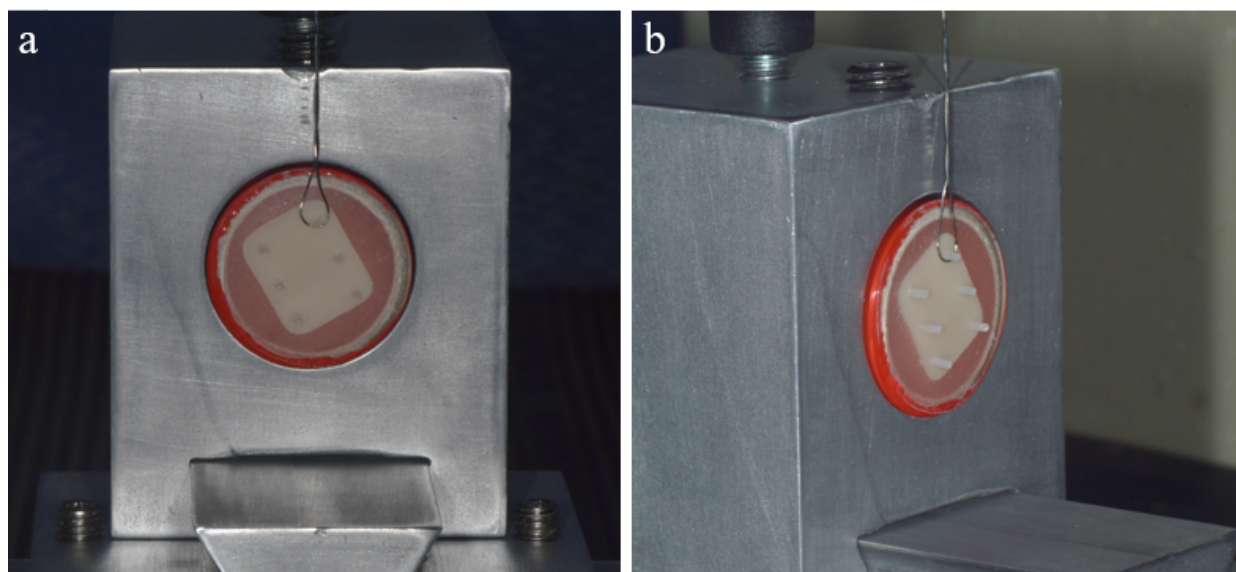


Legenda: a) montagem da EMIC para realização do teste de microcisalhamento.  
Fonte: Elaborada pelo autor.

Para o ensaio foi utilizada a máquina de ensaio universal DL 2000 (EMIC, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil), com célula de carga de 50 kgf e velocidade de 0,5 mm/min até a ocorrência da falha. Na Figura 8 mostra uma

imagem ampliada do espécime no dispositivo durante o teste de microcisolamento.

Figura 9 – Ensaio mecânico de resistência de união



Fonte: Elaborada pelo autor.

#### 4.2.5 Análise de falhas

Após o ensaio mecânico, uma lupa estereoscópica (Microscopia óptica ZEISS MC 80 DX) com aumento de 50x foi utilizada para examinar as superfícies fraturadas das amostras e determinar o padrão de falha na interface cerâmica/cimento. Assim a falha foi classificada em:

- a) Adesiva (ausência de cimento na superfície da cerâmica);
- b) Coesiva do cimento (fratura do cimento);
- c) Coesiva da cerâmica (fratura da cerâmica);

d) Predominantemente adesiva (quantidade inferior a 40 % de cimento na cerâmica).

Após o ensaio mecânico, dois espécimes de cada grupo foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (Jeol-JSM-T330A, Scanning Microscope, Japão) para verificação da morfologia da área fraturada.

#### **4.2.6 Análise topográfica em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Foram selecionadas amostras representativas de cada grupo experimental (ausência de queima de cristalização, presença de queima de cristalização), nas condições de ausência de tratamento de superfície e condicionamento da superfície com ácido fluorídrico 5%, e observadas em MEV. As amostras foram revestidas com uma fina camada de ouro em baixa pressão por meio de íon *sputter-coater* (SC7620 Mini Sputter-Coater, Emitech, East Sussex, Reino Unido).

#### **4.2.7 Análise dos dados**

Os valores computados através do teste de microcisalhamento foram obtidos em Newtons (N) e convertidos em Mega Pascal (MPa), para a obtenção dos valores de resistência de união de acordo com a equação:

$$\text{MPa} = \frac{\text{Valores obtidos em Newtons (N)}}{\text{área da base do cilindro (mm}^2\text{)}}$$

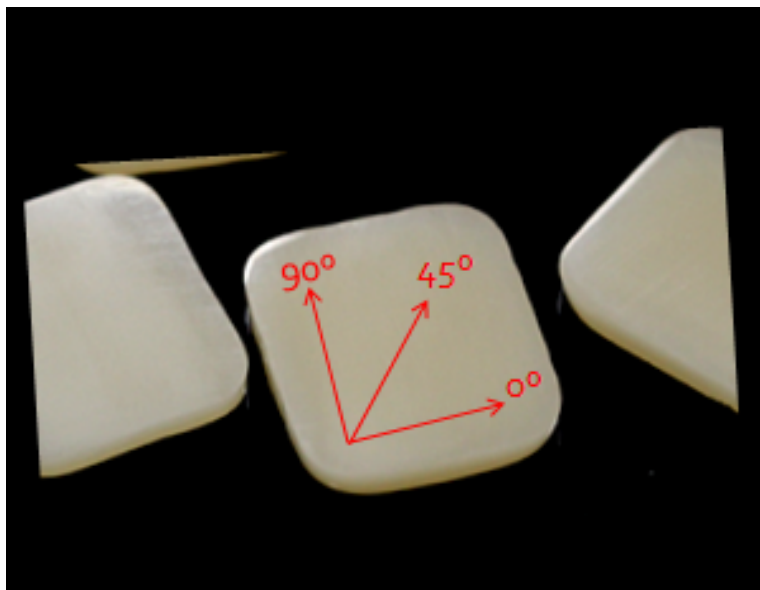
Os dados foram avaliados e a análise estatística descritiva (média e desvio padrão) da resistência de união foi realizada. Já para a estatística inferencial, os dados foram avaliados quanto aos pressupostos de normalidade e foram submetidos a Análise de Variância (Anova) 2 fatores (fatores: estágio de cristalização e envelhecimento hidrotérmico). Seguido do teste de Tukey Post-hoc com  $p = 0,05$ , uma vez que houve diferença estatística apontada por ANOVA.

### 4.3 Análise de rugosidade

Previamente à leitura, as amostras cerâmicas ( $n=10$ ) foram limpas em banho ultrassônico durante cinco minutos. A rugosidade ( $R_a$  e  $R_z$ ) foi avaliada em rugosímetro SurfTest 211, série 178 (Mitutoyo, Suzano, São Paulo, Brasil) em dois momentos: antes e após o condicionamento ácido. Em cada momento, as amostras foram submetidas a três medições obtendo uma média final (Figura 9). Os parâmetros usados para a análise de rugosidade foram: ISO 1997, distância de 6,0 mm, range 800, filtro Gaussiano, cur-off  $\lambda_c$  de 0,8 mm e uma velocidade de 0,5 mm/s (Grangeiro et al., 2021).

Figura 10 – Representação das localidades das leituras realizadas para análise da rugosidade dos espécimes cerâmicos





Fonte: Elaborada pelo autor.

## 5 RESULTADOS

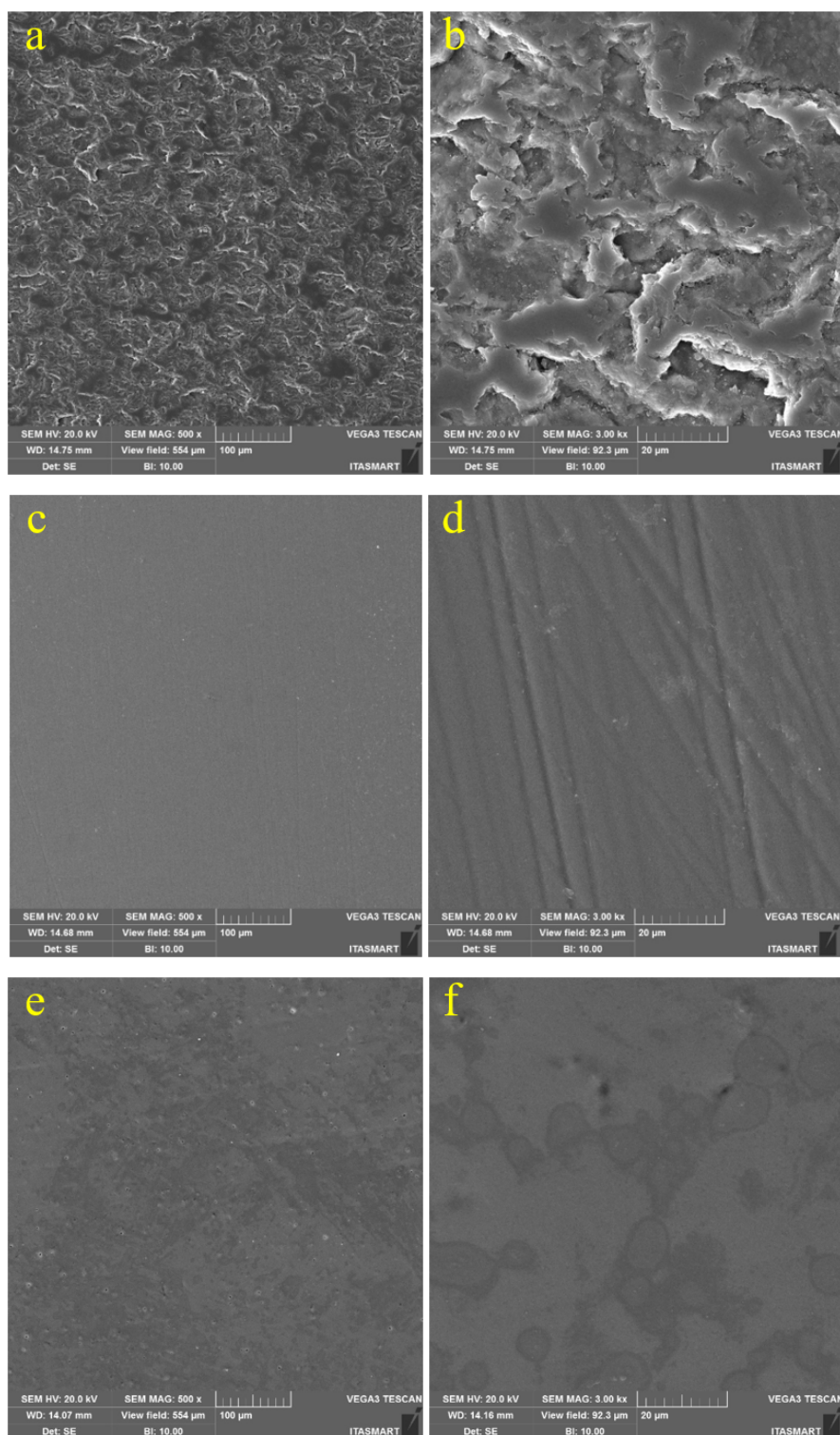
### 5.1 Análises topográficas

As figuras 11 e 12 representam as micrografias dos grupos de acordo com o estágio de cristalização (sem queima de cristalização e com queima de cristalização) e o condicionamento com HF 5%.

A Figura 11 apresenta as imagens dos grupos sem o condicionamento ácido. Observa-se na Figura 11a-b que a superfície da cerâmica Celtra Duo sem cristalização se apresenta irregular. Já na Figura 11c-d observa-se a superfície mais homogênea da cerâmica Celtra Duo com a queima de cristalização. Na Figura 10e-f observa-se a superfície da cerâmica Emax homogênea quando comparada com a superfície da Celtra Duo sem queima de cristalização (Figura 11a-b).

A Figura 12 apresenta as imagens em MEV após o condicionamento com HF 5%, que evidenciam a degradação da matriz vítrea e conseqüentemente a exposição dos cristais.

Figura 11 – Grupos sem o condicionamento ácido 5%



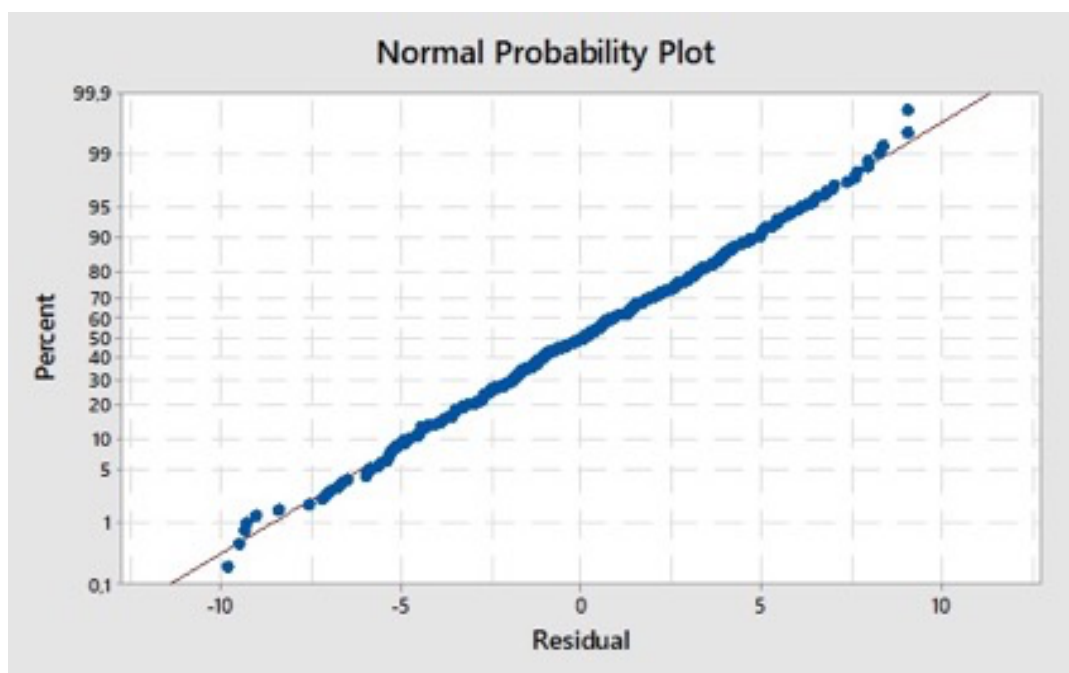
Legenda: Micrografias com aumento 500x (esquerda) e 3000x (direita): (a,b) Sem cristalização; (c,d) Com cristalização; (e,f) Emax.

Fonte: Elaborada pelo autor.

## 5.2 Teste de microcisalhamento

Os dados obtidos no teste de microcisalhamento seguiram a distribuição normal conforme a Figura 13. A análise estatística foi realizada através da ANOVA 2-fatores (Tabela 1), onde observa-se que os fatores “Cristalização” e “Termociclagem” apresentaram diferença estatística na interação entre si.

Figura 13 – Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade) nos grupos



Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 1 – ANOVA 2-fatores para os dados

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
Termociclagem (Cic)	1	1444,9	1444,94	105,19	<b>0,000*</b>
Cristalização (Cri)	2	1020,9	510,46	37,16	<b>0,000*</b>
Cic x Cri	2	536,5	268,25	19,53	<b>0,000*</b>
Resíduo	353	4848,9	13,74		
Total	358	7859,3			

\*p,0,05

Fonte: Elaborada pelo autor.

A análise estatística mostrou que houve diferença estatística entre a interação “Termociclagem” x “Cristalização” ( $p = 0,000$ ). Como também separadamente “Termociclagem” ( $p = 0,000$ ) e “Cristalização” ( $p = 0,000$ ).

Desta forma, a análise estatística com Anova 2-fatores seguiu para o Teste de Tukey post-hoc, com nível de significância de 95%. A Tabela 2 mostra os valores da média e desvio-padrão dos dados dos grupos testados (ausência, presença de termociclagem; ausência e presença de cristalização).

Tabela 2 – Média e desvio-padrão (dp) dos grupos experimentais

Estágio de cristalização	Termociclagem	Média $\pm$ dp (Mpa)
Celtra sem cristalização	Sem	25,43 $\pm$ 4,06 <sup>A</sup>
	Com	19,05 $\pm$ 3,50 <sup>C</sup>
Celtra com cristalização	Sem	21,99 $\pm$ 3,85 <sup>B</sup>
	Com	16,97 $\pm$ 3,43 <sup>D</sup>
Emax	Sem	18,52 $\pm$ 3,76 <sup>CD</sup>
	Com	17,88 $\pm$ 3,58 <sup>CD</sup>

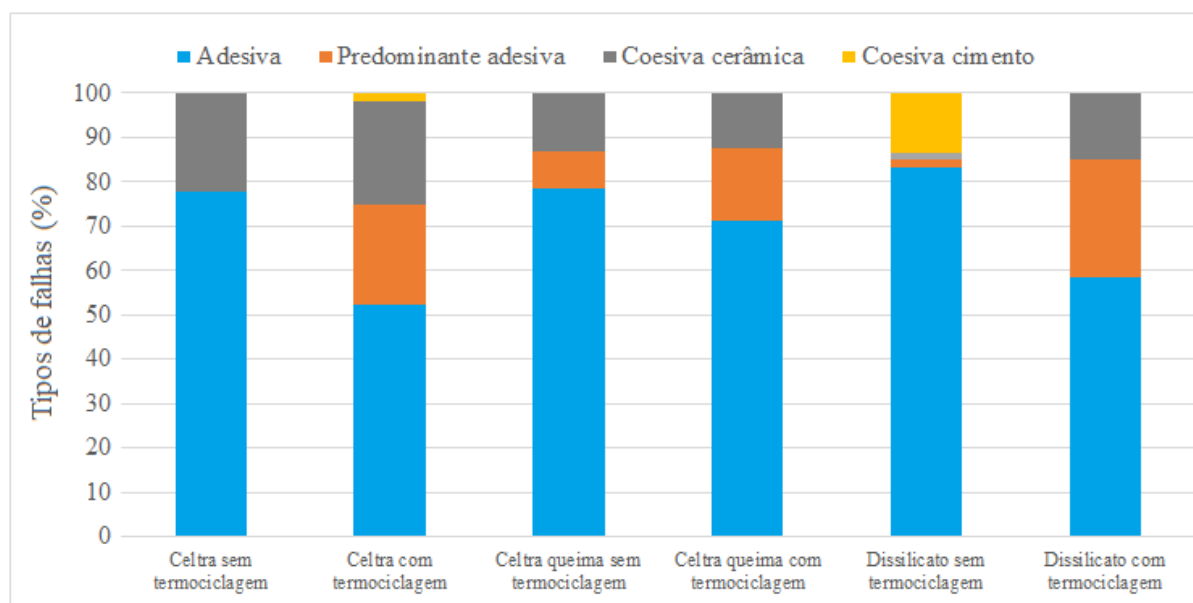
Legenda: Informação dos grupos usando o teste Tukey Post-hoc, com nível de significância  $p < 0,05$ . As letras maiúsculas diferentes significam que houve diferença estatística entre os grupos (termociclagem).

Fonte: Elaborada pelo autor.

### 5.3 Análises de Falhas após o ensaio de microcisalhamento

A Figura 14 apresenta a distribuição dos tipos de falhas. As falhas mais frequentes foram as do tipo “adesiva” em todos os grupos, seguida pelas falhas “coesiva da cerâmica” e “predominante adesiva”, respectivamente. As falhas do tipo “coesivas” foram descartadas do teste estatístico.

Figura 14 – Porcentagem dos tipos de falhas, segundo os grupos



Fonte: Elaborada pelo autor.

### 5.4 Rugosidade

A Tabela 3 apresenta a estatística comparativa dos valores médios  $\pm$  desvio padrão do teste Tukey, para os dados iniciais de rugosidade dos parâmetros Ra e Rz dos grupos controle, sem condicionamento com ácido fluorídrico. A estatística ANOVA um fator apontou que não houve diferença estatística quando analisados os parâmetros Ra ( $p=0,063$ ) e Rz ( $p=0,165$ ) para os grupos CS, CQS e ES sem condicionamento ácido.

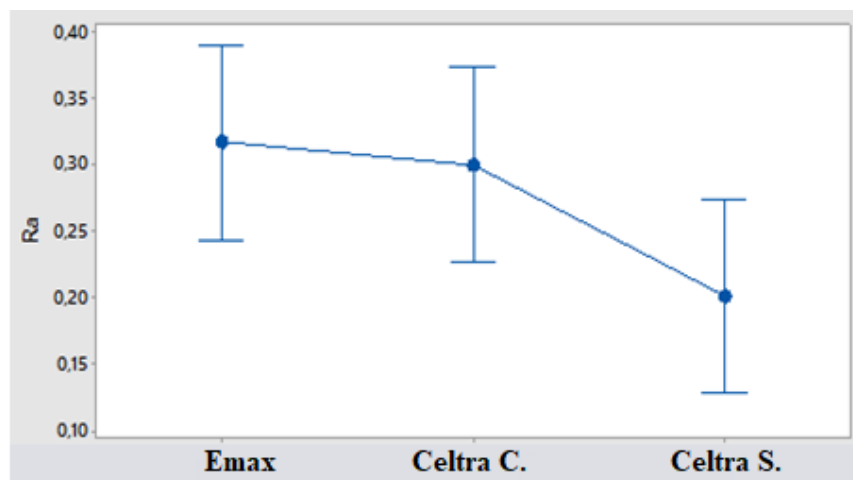
Tabela 3 - Média  $\pm$  desvio padrão dos dados iniciais de rugosidade, em  $\mu\text{m}$ , e grupamentos homogêneos do teste de Tukey para os grupos experimentais sem condicionamento com ácido fluorídrico

Grupos	Ra	Rz
Celtra sem cristalização	$0,2010 \pm 0,10^A$	$1,885 \pm 1,14^A$
Celtra com cristalização	$0,3001 \pm 0,11^A$	$2,669 \pm 0,92^A$
Emax	$0,3166 \pm 0,11^A$	$2,541 \pm 0,83^A$

Fonte: Elaborada pelo autor.

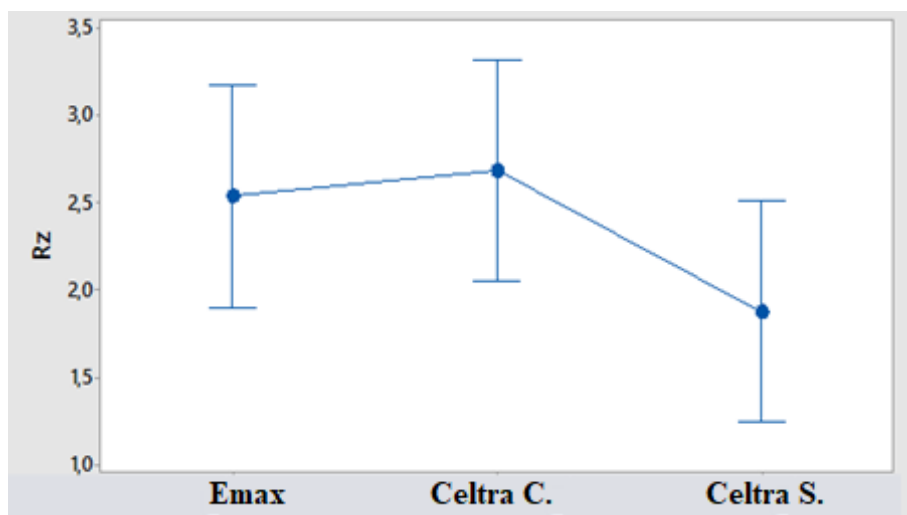
A Tabela 3 apresenta a estatística comparativa dos valores médios  $\pm$  desvio padrão do teste Tukey, para os dados iniciais de rugosidade dos parâmetros Ra e Rz dos grupos controle, sem condicionamento com ácido fluorídrico 5%. A estatística ANOVA um fator apontou que não houve diferença estatística quando analisados os parâmetros Ra e Rz para os grupos Celtra sem cristalização, Celtra com cristalização e Emax na ausência do condicionamento ácido.

Figura 15 - Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade do parâmetro Ra para os grupos sem condicionamento ácido



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 16 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade do parâmetro Rz para os grupos sem condicionamento



Fonte: Elaborada pelo autor.



Tabela 4 - Média  $\pm$  desvio padrão dos dados iniciais de rugosidade, em  $\mu\text{m}$ , e grupamentos homogêneos do teste de Tukey para os grupos experimentais com condicionamento ácido 5%

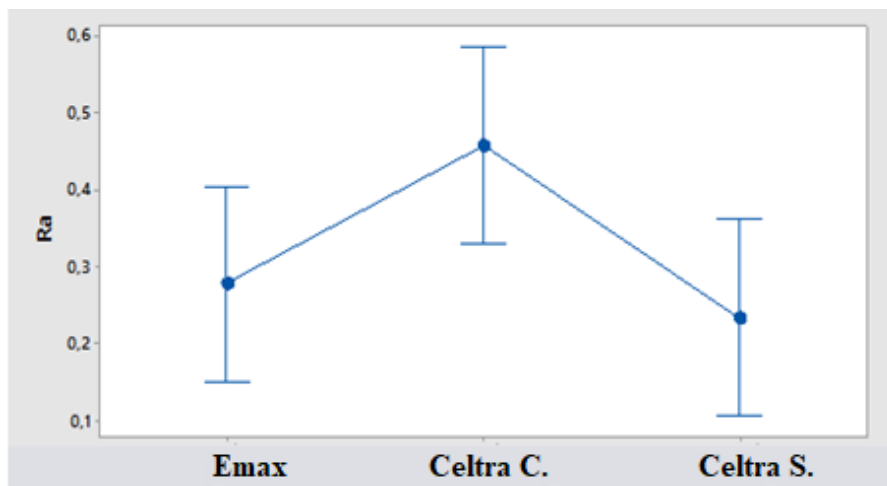
Grupos	Ra	Rz
Celtra sem cristalização	$0,2334 \pm 0,10^B$	$1,913 \pm 0,87^B$
Celtra com cristalização	$0,4573 \pm 0,30^A$	$3,665 \pm 1,52^A$
Emax	$0,2780 \pm 0,08^{AB}$	$2,339 \pm 0,54^{AB}$

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Tabela 4 apresenta a estatística comparativa dos valores médios  $\pm$  desvio padrão do teste Tukey, para os dados iniciais de rugosidade dos parâmetros Ra e Rz dos grupos controle, com condicionamento com ácido fluorídrico 5%. A estatística ANOVA um fator apontou que houve diferença estatística quando analisados os parâmetros Ra e Rz para os grupos Celtra sem cristalização Celtra com cristalização na presença do condicionamento ácido.

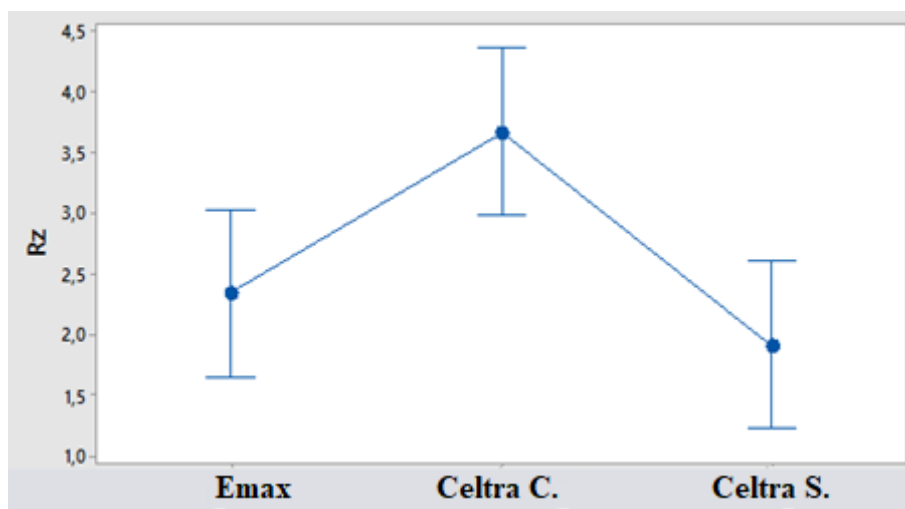
A Figura 16 mostra a distribuição dos dados de rugosidade média Ra dos grupos com o condicionamento ácido 5%. A Figura 17 mostra a distribuição dos dados de rugosidade de altura Rz com condicionamento ácido.

Figura 17 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade média Ra para os grupos com condicionamento ácido



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 18 – Gráfico de linhas da distribuição dos dados iniciais de rugosidade do parâmetro  $R_z$  para os grupos com condicionamento ácido



Fonte: Elaborada pelo autor.

## 6 DISCUSSÃO

O presente estudo avaliou a influência do processo de queima de cristalização e do envelhecimento hidrotérmico na resistência de união entre diferentes cerâmicas (Celtra Duo e E-max) e um cimento resinoso a partir do teste de microcisalhamento. Os achados do presente estudo mostraram que a resistência de união do material (Celtra Duo) foi influenciada negativamente pela queima de cristalização, negando a primeira hipótese. O envelhecimento hidrotérmico diminuiu a resistência de união entre as cerâmicas e cimento resinoso para os grupos cerâmicos de silicato de lítio, fato esse ocorrido pois esse processo promove a degradação hidrolítica da interface adesiva (Scherrer et al., 2018).

Os materiais cerâmicos usados no presente estudo são apresentados em blocos para fresagem em CAD-CAM, os quais são uniformes e não apresentam defeitos intrínsecos, fator que minimizou a possibilidade de valores de resistência de união discrepantes, fato confirmado pelos baixos valores de desvio padrão gerados. Todos os cilindros cimentados possuíam área menor que  $1 \text{ mm}^2$ , logo o ensaio mecânico foi o teste de microcisalhamento, visto que o teste “micro” possui vantagens quando comparado ao teste “macro” pela menor incorporação de defeitos (Scherrer et al., 2010).

O microcisalhamento possui melhores resultados quando comparado ao teste de microtração uma vez que as amostras não necessitam serem processadas após o procedimento de cimentação. Assim, a tensão residual e artefactos originados pelo corte que poderiam gerar menores valores de resistência de união são eliminados (El Zohairy et al., 2010).

O efeito do envelhecimento hidrotérmico gerou uma redução nos valores de resistência de união. Nesse estudo foi utilizado um total de 5 mil ciclos na

máquina de teste a fim de se aproximar de um cenário de envelhecimento das amostras. Sabe-se que o envelhecimento de 10 mil ciclos representa o equivalente a 1 ano de ciclagem in vivo (Gale, Darvell, 1999), ademais, este trabalho seguiu a metodologia de 5 mil ciclos conforme Maier et al. (2019).

A topografia da superfície da cerâmica Celtra Duo em função da cristalização e condicionamento ácido está apresentada nas figuras 10 e 11. As topografias sem a cristalização apresentaram-se mais irregulares previamente ao condicionamento ácido. Após o condicionamento ácido, em todos os grupos observa-se um maior evidenciamento dos cristais (Figura 11b - 11d). Nos grupos testados as falhas do tipo adesiva foi a mais predominantes, ocorrendo uma prevalência superior a 70% de falhas adesivas e predominantemente adesivas em todos os grupos analisados. De acordo com a Figura 12, a cerâmica Celtra Duo mostra-se mais resistente a fratura após o processo de cristalização, devido a uma redução do percentual de falhas do tipo coesiva da cerâmica. Esse fato pode ser explicado pelo melhor comportamento mecânico da cerâmica após o processo de cristalização (Diniz et al., 2020).

A fabricante recomenda o condicionamento da superfície da Celtra Duo com ácido fluorídrico entre 5 a 9% durante 30 segundos. A exposição dos cristais provocada pelo ácido pode ter influenciado positivamente na adesão entre o cimento resinoso e a Celtra Duo quando comparada ao E-max devido a uma distribuição uniforme dos cristais na superfície da cerâmica. Nesse estudo foi empregado o ácido fluorídrico na concentração de 5%. A literatura já relata que, valores favoráveis de resistência de união podem ser obtidos diante do protocolo usado no presente estudo (Diniz et al., 2019; Lima et al., 2021).

Previamente ao condicionamento ácido não houve diferença estatística quanto a rugosidade média Ra ( $p = 0,063$ ) e alturas de ondas Rz ( $p = 0,165$ ). No entanto, após o condicionamento das superfícies das cerâmicas, o grupo Celtra com cristalização mostrou valores de rugosidade média Ra e altura de ondas Rz

superiores aos demais grupos, podendo justificar a redução dos valores de resistência de união do teste de microcissalhamento para esse grupo, uma vez que, alterações superficiais muito discrepantes podem atuar como defeitos e gerar menores valores de resistência de união (Scherrer et al., 2010).

Nesse estudo não foi abordado a influencia de queimas adicionais, que são muitas vezes necessárias para uma possível correção de cor (pigmentos) e brilho (*glaze*). Logo, faz-se necessário possíveis estudos sobre as variáveis mencionadas, uma vez que no presente estudo a superfície da Celtra Duo se comportou de maneira diferente quanto a adesão e rugosidade superficial.

Estudos clínicos também devem ser realizados a curto, médio e longo prazo a fim de avaliar a longevidade desse material, apesar do grupo Celtra Duo sem cristalização apresentar maiores valores de resistência de união, o grupo Celtra Duo com cristalização adicional possui maior resistência mecânica e apresentou desempenho superior ao grupo IPS E.max CAD, viabilizando a sua aplicação clínica. Bem como, características ópticas e mecânicas devem ser estudadas frente a temática da queima de cristalização e queimas de caracterização (pigmentação e *glaze*).

## 7 CONCLUSÃO

Baseado nos resultados obtidos no presente estudo pode-se concluir que, se tratando dos valores de resistência de união, a queima de cristalização influenciou de forma negativa para os resultados; o envelhecimento hidrotérmico foi responsável pela diminuição dos valores de resistência de união para a cerâmica Celtra Duo, independentemente da ausência ou presença da cristalização; a cristalização da cerâmica Celtra Duo causa uma maior exposição superficial da matriz vítrea, que é degradada com o condicionamento com ácido fluorídrico, aumentando a rugosidade da superfície.

## REFERÊNCIAS\*

- Anusavice KJ. *Phillips materiais dentários*. 12 ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2013. 592 p.
- Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2011 Mar;27(3):207-13. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.004. Pub Med PMID: 21071072.
- Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):50-62. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.155. Pub Med PMID: 20045179.
- Boscato N. *Caracterização cerâmica e avaliação fractográfica da interface adesiva com resina, após diferentes tratamentos de superfície*. [tese]. Piracicaba (São Paulo): Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba; 2005.
- Brentel AS, Özcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino, MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater*. 2007 Nov;23(11):1323-31. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.011. Pub Med PMID: 17188745.
- Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent*. May- 2009 Jun;34(3):344-51. doi: 10.2341/08-79. Pub Med PMID: 19544825.
- Della Bona A, Anusavice K J, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent*. 2000 Winter;2(4):305-13. PubMed PMID: 11317377.
- Della Bona A, Anusavice K J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*. 2002 Mar-Apr;15(2):159-67. PubMed PMID: 11951806.

\* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 03 fev 2022]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Diniz V, Prado PHCO, Rodrigues JVM, Monteiro JB, Zucuni C, Valandro LF, et al. Ceramic firing protocols and thermocycling: Effects on the load-bearing capacity under fatigue of a bonded zirconia lithium silicate glass-ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Oct. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103963. Pub Med PMID: 32957254.

Eldwakhly E, Ahmed DRM, Soliman M, Abbas MM, Badrawy W. Color and translucency stability of novel restorative CAD/CAM materials. *Dent Med Probl*. 2019 Oct-Dec;56(4):349-356. doi: 10.17219/dmp/111400. Pub Med PMID: 31895499.

El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dent Mater*. 2010 Sep;26(9):848-54. doi: 10.1016/j.dental.2010.04.010. Pub Med PMID: 20569977.

Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43. doi: 10.1016/j.jdent.2009.08.010. Pub Med PMID: 19744537.

Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements — chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil*. 2011 Apr;38(4):295-314. doi: 10.1111/j.1365-2842.2010.02148.x. Pub Med PMID: 21133983.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999 Feb;27(2):89-99. doi: 10.1016/s03005712(98)00037-2. Pub Med PMID: 10071465.

Goes MF, Chain MC, Baratieri LN. *Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores*. São Paulo: Artes Médicas; 1998.

Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Ceramic in dentistry: current situation. *Cerâmica*. 2008 Sep;54:319-325. doi.org/10.1590/S0366-69132008000300008.

Grangeiro MTV, Lopes GC, Barreto LAL, Anami LC, Bottino MA, Özcan M, et al. Effect of surface treatment and glazing in the two-body wear resistance of a hybrid ceramic after polymeric staining application. *J Adhes Sci Technol*. 2021 feb;35:1-11. doi: 10.1080/01694243.2021.1892427.



Höland W, Beall GH. Glass ceramic technology. 2nd ed. Hoboken: John Wiley & Sons; 2012.

Höland W, Rheinberger V, Apel E, Hoen C, Höland M, Dommann A, et al. Clinical applications of glass-ceramics in dentistry. *J Mater Sci Mater Med*. 2006 Nov;17(11):1037-42. doi: 10.1007/s10856-006-0441-y. Pub Med PMID: 17122916.

Krüger S, Deubener J, Ritzberger C, Höland W. Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO<sub>2</sub>-bearing lithium disilicate glasses for dental application. *Int J Appl Glass Sci*. 2013;4(1):9-19. doi.org/10.1111/ijag.12011.

Lima CM, da Silva NR, Martins JD, Miranda JS, Tanaka R, Souza RODA, et al. Effect of different surface treatments on the biaxial flexure strength, weibull characteristics, roughness, and surface topography of bonded CAD/CAM silicabased ceramics. *Dent Mater*. 2021;37(3):151-61. doi: 10.1016/j.dental.2020.11.009.

Maier E, Bordihn V, Belli R, Taschner M, Petschelt A, Lohbauer U, et al. New approaches in bonding to glass-ceramic: self-etch glass-ceramic primer and universal adhesives. *J Adhes Dent*. 2019;21(3):209-17. doi: 10.3290/j.jad.a42546. Pub Med PMID: 31165103.

Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces—An insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehab*. 2007 Aug; 34(8):622-30. doi: 10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x. Pub Med PMID: 17650173.

Monteiro JB, Riquieri H, Prochnow C, Guilardi LF, Pereira GKR, Borges ALS, et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. *Dent Mater*. 2018 Jun;34(6):891-900. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.004. Pub Med PMID: 29588077.

Prati C, Nucci C, Davidson CL, Montanari G. Early marginal leakage and shear bond strength of adhesive restorative systems. *Dent Mater*. 1990 Jul; 6:195–200.

Rinke S, Pabel AK, Diger M, Ziebolz D. Chairside fabrication of an all-ceramic partial crown using a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Case Rep Dent*. 2016 Mar:1-7. doi.org/10.1155/2016/1354186. Pub Med PMID: 27042362.

Riquieri H, Monteiro JB, Viegas DC, Campos TMB, de Melo RM, Saavedra GSFA. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. *Dent Mater*. 2018;34:1483-91. doi: 10.1016/j.dental.2018.06.010. Pub Med PMID: 29945797.

Ritzberger C, Apel E, Höland W, Peschke A, Rheinberger VM. Properties and clinical application of three types of dental glass-ceramics and ceramics for CAD-CAM technologies. *Dent Mater*. 2010 Jun;3:3700-13. Pub Med PMID: PMC5521757.

Scherer MM, Prochnow C, Venturini AB, Pereira GKR, Burgo TAL, Rippe MP, et al. Fatigue failure load of an adhesively-cemented lithium disilicate glassceramic: conventional ceramic etching vs etch & prime one-step primer. *Dent Mater*. 2018 Aug;34(8):1134-1143. doi: 10.1016/j.dental.2018.04.012. Pub Med PMID: 29789162.

Silva LH, de Lima E, Miranda RBP, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Braz Oral Res*. 2017 Aug;31:133-46. doi: 10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0058. Pub Med PMID: 28902238.