

**VANESSA CRUZ MACEDO**

**EFEITO DE DIFERENTES TEMPOS DE  
CONDICIONAMENTO E CONDIÇÕES DE  
ENVELHECIMENTO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE  
CERÂMICAS ÁCIDO SENSÍVEIS**



**2012**

**VANESSA CRUZ MACEDO**

**EFEITO DE DIFERENTES TEMPOS DE CONDICIONAMENTO E  
CONDIÇÕES DE ENVELHECIMENTO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE  
CERÂMICAS ÁCIDO SENSÍVEIS**

**Tese apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTORA, pelo Programa de Pós- Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese dentária.**

**Orientador: Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara**

**Co-orientador: Prof. Dr. Guilherme de S. Ferreira Anzaloni Saavedra**

**São José dos Campos**

**2012**

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:  
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para  
Normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos  
Campos: FOSJC/UNESP; 2010.

M119e Macedo, Vanessa Cruz

Efeito de diferentes tempos de condicionamento e condições de envelhecimento na resistência à flexão de cerâmicas ácido sensíveis / Vanessa Cruz Macedo. - São José dos Campos : [s.n.], 2012.  
97.f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 2012.

Orientador: Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara

Co-orientador: Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra.

1. CAD/CAM. 2. Resistência de materiais. 3. Envelhecimento. I. Kimpara, Estevão Tomomitsu. II. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista. III. Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho”. IV. UNESP – Univ Estadual Paulista. V. Título

tD15

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da  
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP

## AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 30 de Agosto de 2012 .

Assinatura :

E-mail: vanessacmacedo@hotmail.com

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpura (Orientador)**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos  
UNESP – Univ Estadual Paulista

**Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins**

Faculdade de Odontologia de Piracicaba  
Universidade de Campinas – UNICAMP

**Prof. Dr. Tarcísio José de Arruda Paes Junior**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos  
UNESP – Univ Estadual Paulista

**Prof. Dr. Alfredo Mikail Melo Mesquita**

Faculdade de Odontologia de São Paulo  
Universidade Paulista – UNIP

**Profa. Dra. Paula Carolina Komori de Carvalho**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos  
UNESP – Univ Estadual Paulista

São José dos Campos, 02 de agosto de 2012

## ***DEDICATÓRIA***

*Dedico este trabalho aos meus pais que são minha base e força para continuar firme. Todo esforço valeu a pena, muito obrigada por tudo.*

*Ao meu grande amor, Renato, sem você não teria conseguido, te amo.*

*Aos meus irmãos Camila e João Robson.*

*Aos meus sobrinhos Guilherme e Maria Eduarda.*

*A toda minha família e amigos.*

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

Agradeço primeiramente a Deus, meu amigo fiel, meu Senhor Jesus que é meu tudo, minha vida o que tenho de mais precioso, meu tesouro, e que é suficiente para mim. Sou totalmente dependente de Ti.

Aos meus pais Raimundo e Edna por me apoiarem em mais esta jornada, me encorajando a persistir e não desistir nas dificuldades. Obrigada por permitirem que eu sonhasse mais uma vez, e voasse para o meu futuro. Obrigada pelas orações nas horas de dificuldades e nos momentos de desespero. Pai, muito obrigada por confiar em mim, e na minha capacidade de crescer. Mãe obrigada por me ensinar a sonhar, a ser confiante e segura. Devo tudo a vocês que são pais maravilhosos e os melhores que Deus poderia me dar. Que vocês possam sempre se orgulhar de mim, e que eu sempre lhes dê alegria. Amo muito vocês.

Ao grande amor da minha vida, Renato, meu príncipe encantado, meu melhor amigo, meu companheiro, minha vida. Rê, muito obrigada por ser o homem maravilhoso que você é, por me apoiar e estar sempre ao meu lado. Você acompanhou tudo de perto, sabendo minhas dificuldades, minhas limitações e em nenhum momento me deixou desanimar, mesmo quando a situação parecia insustentável. Sem você, sem seu carinho, amor, paciência e compreensão eu não teria conseguido. Obrigada pelas palavras de conforto nos momentos difíceis. Meu amor você é um presente de Deus pra mim. Espero te fazer tão feliz como você me faz, e poder retribuir cada gesto de amor e carinho vivendo a teu lado por toda minha vida. Você é muito importante pra mim, não sei viver sem você. Te amo muito.

Aos meus irmãos Camila e João Robson por fazerem parte da minha vida, deixando-a mais completa. Espero que um dia vocês alcancem seus objetivos e sonhos, como eu estou conquistando com este trabalho. Quero pedir que nunca deixem de sonhar e ter fé, mesmo que pareça impossível, pois se eu consegui realizar o meu sonho, vocês também conseguirão. À minha cunhada Sandra e aos meus sobrinhos lindos Guilherme e Maria Eduarda. Amo muito vocês.

Agradeço a minha vizinha, que mesmo tendo me deixado na metade do caminho, sempre esteve comigo em pensamento e em amor. Você é inesquecível vó, te amo.

A minha prima Miriam pelo apoio e o encorajamento, sempre me incentivando a crescer e a dar o melhor de mim. Você é um exemplo pra mim, com sua força de vontade e esforço que te fizeram chegar onde você está merecidamente. Obrigada Mi por tudo, espero um dia retribuir tudo que você faz por mim, te amo muito.

Aos meus primos Leandro, Viviane, Karine, Andressa, Viviane e Marcos por todo companheirismo e carinho. Tenho sempre vocês no meu coração e mesmo na distância sinto que cada vez nos aproximamos mais. Vocês são muito importantes na minha vida, e foram sempre presentes nessa minha conquista, amo vocês.

Agradeço às minhas tias Eli, Ester e Eliada por estarem cada mais presentes em minha vida e por todo apoio. Dedico esta conquista também a vocês que eu amo muito.

Agradeço muito a minha sogrinha Anália e meu sogrão Salvador por sempre torcerem por mim, por todo apoio e todo carinho que sempre

tiveram por mim. Agradeço a Deus por ter colocado vocês e toda a família na minha vida. Cada dia que passa os admiro e os amo mais.

À minha cunhadinha Regina por ser tão carinhosa, atenciosa e maravilhosa. Re te admiro muito, pela sua inteligência, alegria e companheirismo. Muito obrigada por tudo que você faz por mim. Te amo muito. Agradeço ao meu cunhado Roberto e sua família que sempre me receberam com tanto carinho.

À minha amiga Flávia, que é muito além do que minha amiga de turma do doutorado. É uma amiga que quero levar para toda vida, independente da distância. Obrigada Flá, por tudo o que você fez por mim, por toda amizade, companheirismo; jamais vou esquecer. Te amo amiga!

Às minhas amigas Carol Cotes, Fê, Carol Martinelli, Anelyse, essenciais para a minha vida aqui em São José, que tornaram minha vida muito mais colorida, muito mais prazerosa e que me fez muito feliz neste tempo. Vocês fazem parte da minha vida e jamais vou esquecê-las. Carol Cotes, muito obrigada por tudo, agimos como verdadeiras irmãs. Te amo irmãzinha.

Agradeço muito à Eliane Wenzel, por toda amizade, todos os conselhos, por toda disposição de ajudar não só a mim, mas a todos. Eli, você foi muito importante nessa fase da minha vida, muito obrigada por tudo. Você é uma pessoa muito especial, que jamais esquecerei.

Agradeço meu co-orientador professor Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra por toda confiança, por toda disposição em me ajudar, por todos os conselhos e dicas, por sempre me incentivar a ser a melhor

no que eu faço e por ser um exemplo de dedicação a profissão. Obrigada por tudo Gui.

Agradeço a meu orientador Estevão Tomomitsu Kimpara, que se tornou amigo para todas as horas, um mestre, que me guia tanto nas questões profissionais como pessoais. Você é um exemplo para mim, por ser o professor fantástico que é e por ser essa pessoa tão especial. Obrigada por tudo, pelos ensinamentos, pela convivência e pela amizade.

## **AGRADECIMENTOS**

À UNESP - Univ Estadual Paulista, na pessoa do diretor da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Prof. Adj. Carlos Augusto Pavanelli e do vice-diretor Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpara.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa da coordenadora Profa. Tit. Márcia Carneiro Valera Garakis

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, por todos os ensinamentos e pela contribuição na minha formação acadêmica e científica, principalmente ao professor Marco Antonio Bottino. Obrigada professor por sua dedicação ao programa, por resolver as questões práticas e por toda confiança que teve em mim. Espero não tê-lo desapontado em nenhum momento.

Aos professores da Prótese Total - Tarcísio, Alexandre e Guilherme, e de Materiais Dentários – Tango, Paula, pela convivência maravilhosa, inspiração e ensinamentos. Vocês são muito especiais para mim. Obrigada pela amizade.

À CAPES pela concessão de bolsa.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão da bolsa de doutorado e de Auxílio à Pesquisa que possibilitou a além na minha manutenção diária, aquisição dos materiais necessários para a realização deste trabalho.

Às secretárias da secção de Pós-Graduação, Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Erena Michie Hasegawa e ao Bruno, por toda ajuda e orientação que nos dão nas horas mais difíceis e corridas, de maneira eficiente e prestativa. Muito obrigado.

Agradeço a todos os professores do Departamento de Materiais Odontológico e Prótese, pela convivência maravilhosa me inspira cada vez mais a ser como uma de vocês. Professor Marcos Maecawa, Eduardo Uemura, Lafayette Nogueira Júnior, Fernando Takahashi e Renato Nishioka.

Aos técnicos de laboratório que considero como amigos Fernandinho, Marcos Vestali, Inês, Marcos e Taís Paradella e ao secretário Reginaldo e Susana. Muito obrigada pela convivência maravilhosa, por toda ajuda e amizade. Vocês são muito especiais para mim. Obrigada por serem essas pessoas tão queridas e maravilhosas.

Um agradecimento especial à Juliane e Marizete, por deixarem tudo organizado para nós. O que seria de nós sem vocês. Já obrigada por estar sempre com esse sorriso maravilhoso quando eu chegava sem folego lá em cima e pela amizade. Você é muito especial.

Aos professores que participaram da minha banca de qualificação, Prof. Dr. Rubens Nisie Tango e Profa. Dra. Paula Carolina de Paiva Komori, pelas valiosas contribuições para este trabalho.

Aos meus amigos Hilka, Erica, Gui, Marcela, Léo e Heleno por fazerem parte dos bastidores desta caminhada. Vocês são muito importantes na minha vida.

Aos meus amigos André Marcos Júnior, Patrícia Nader Marcos e Moisés pelo incentivo nos primeiros passos desta jornada, vocês também são responsáveis por esta conquista. Obrigada por tudo, nunca esquecerei.

A toda minha família.

Aos meus amigos de São Paulo, aos meus amigos do Derville principalmente Danielle e Déia), e a todas as pessoas que participaram desta conquista, contribuindo para a realização deste trabalho, direta ou indiretamente, meu agradecimento.

*“Dá instrução ao sábio,  
e ele se fará mais sábio ainda;  
ensina ao justo,  
e ele crescerá em prudência ”.*  
*Provérbios 9:9*

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>14</b>
<b>LISTA DE QUADROS E TABELAS .....</b>	<b>16</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS .....</b>	<b>18</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>19</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>21</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>23</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>29</b>
<b>2.1 Cerâmicas e Sistema CAD/CAM .....</b>	<b>29</b>
<b>2.2 Tratamento de superfície .....</b>	<b>33</b>
<b>2.3 Envelhecimento .....</b>	<b>38</b>
<b>2.4 Material restaurador e biofilme .....</b>	<b>43</b>
<b>2.5 Resistência à flexão .....</b>	<b>45</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>48</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>49</b>
<b>4.1 Materiais .....</b>	<b>49</b>
<b>4.2 Métodos .....</b>	<b>50</b>
4.2.1 Preparo das barras de cerâmica .....	51
4.2.2 Condicionamento ácido das barras de cerâmica .....	53
4.2.3 Cimentação .....	54
4.2.4 Ciclagens .....	57
4.2.5 Confecção do dispositivo bucal e fixação das amostras .....	57
4.2.6 Ensaio mecânico .....	59
4.2.7 Análise em microscopia eletrônica de varredura .....	60
<b>5 RESULTADOS .....</b>	<b>61</b>
5.1 Resultados dos ensaios mecânicos .....	61
5.1.1 Cerâmica Feldspática .....	61

5.1.2 Cerâmica à base de dissilicato de lítio .....	66
5.2 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura .....	71
<b>6 DISCUSSÃO .....</b>	<b>76</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>82</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>83</b>
<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>95</b>
<b>ANEXO A.....</b>	<b>97</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Delineamento do estudo	
Figuras 2A e 2B – Fotografia dos cortes seriados para obtenção das amostras .....	50 51
Figuras 3A e 3B - Amostras padronizadas após a utilização de lixa metalográfica .....	52
Figura 4 - Amostra após a realização do bisel .....	52
Figuras 5A e 5B - Ácido fluorídrico utilizado para condicionamento das cerâmicas .....	53
Figura 6 - Condicionamento ácido das cerâmicas .....	53
Figura 7 - Lavagem com jato de água/ar por 5 s.....	54
Figura 8 - Silano utilizado após a realização do condicionamento ácido .....	54
Figura 9 - Aplicação de silano com microbrush após a secagem com jato de ar .....	55
Figura 10 - Leve jato de ar por 5 s, após a aplicação do silano.....	55
Figura 11 - Delineador adaptado para a cimentação com carga de 750g .....	56
Figura 12A – Posicionamento da barra em relação à matriz de poliéster e a haste do delineador .....	56
Figura 12B – Aplicação da carga para escoamento do excesso de cimento .....	56
Figura 12C – Remoção do excesso de cimento com microbrush .....	56
Figura 12D – Fotoativação .....	56
Figuras 13A e 13B – Dispositivos intra-bucais com as amostras posicionadas .....	59

Figuras 14A e 14B - Amostra posicionada pra o teste de resistência à flexão 3 pontos.....	60
Figura 15 - Gráfico de normalidade de distribuição das médias para cerâmica feldspática .....	62
Figura 16 - Gráfico de interação entre envelhecimento e o tempo de condicionamento para a cerâmica feldspática .....	65
Figura 17 – Gráfico de normalidade de distribuição das médias para cerâmica de dissilicato de lítio .....	67
Figura 18 – Gráfico de interação entre o envelhecimento e o tempo de condicionamento para cerâmica de dissilicato de lítio .....	70
Figura 19 - Fotomicrografias das superfícies das barras de cerâmica feldspática, após os diferentes tempos de condicionamento .....	72
Figura 20 - Fotomicrografias das superfícies das barras de cerâmica de dissilicato de lítio, após os diferentes tempos de condicionamento.	74

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Marca comercial, fabricante, classificação e composição dos materiais que serão utilizados .....	49
Tabela 1 – Média e desvio padrão em Mpa dos grupos confeccionados com a cerâmica VitablockMark II .....	61
Tabela 2 - Médias e desvios-padrão dos valores de resistência à flexão da cerâmica Vitablock Mark II, submetidos à teste de Dunnett para comparação entre grupos experimentais e grupo controle.....	63
Tabela 3 – Análise de variância referente às tensões de resistência à flexão da cerâmica Vitablock Mark II em relação ao envelhecimento e o tempo de condicionamento ácido .....	63
Tabela 4 – Teste de Tukey para comparação da interação entre os diferentes tipos de envelhecimento e os diferentes tempos de condicionamento para a cerâmica Vitablock Mark II. Valores em Mpa.	64
Tabela 5 – Média e desvio padrão em Mpa dos grupos confeccionados com a cerâmica IPS e.max CAD .....	66
Tabela 6 - Médias e desvios-padrão dos valores de resistência à flexão da cerâmica IPS e.max CAD submetidos à teste de Dunnett para comparação entre grupos experimentais e grupo controle.....	68
Tabela 7 – Análise de variância referente às tensões de resistência à flexão da cerâmica IPS e.max CAD em relação ao envelhecimento e o tempo de condicionamento ácido.....	68
Tabela 8 – Teste de Tukey para comparação da interação entre os diferentes tipos de envelhecimento e os diferentes tempos de condicionamento da cerâmica IPS e.max CAD. Valores em Mpa.....	69
Tabela 9 - Valores médios e desvio-padrão da rugosidade superficial	

das cerâmicas feldspática submetidas a diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico.....	73
Tabela 10 - Valores médios e desvio-padrão da rugosidade superficial das cerâmicas de dissilicato de lítio, submetidas a diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico.....	75

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C	= graus Celsius
CAD/CAM	= <i>Computer Aided Design/ Computer Aided Manufacturing</i>
CIB	= ciclagem intra-bucal
CM	= ciclagem mecânica
CT	= ciclagem térmica
CTM	= ciclagem termomecânica
DP	= Desvio padrão
GPa	= GigaPascal
HF	= ácido fluorídrico
Hz	= Hertz
Kgf	= Quilograma força
KN	= kiloNewtons
MEV	= Microscopia eletrônica de varredura
min	= minutos
mm	= milímetro
MPa	= MegaPascal
N	= Newton
n	= número de amostra
s	= segundos
µm	= micrometro
VTB	= Vitablock Mark II

Macedo VC. Efeito de diferentes tempos de condicionamento e condições de envelhecimento na resistência à flexão de cerâmicas ácido sensíveis [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2011.

## RESUMO

As cerâmicas são indicadas para coroas livres de metal, pois alcançaram resistência suficiente para resistir às cargas funcionais. O objetivo neste estudo foi avaliar a resistência à flexão de barras cerâmicas, após diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico, e diferentes protocolos de envelhecimento. Foram confeccionadas 500 barras cerâmicas com dimensões de 16 mm x 4 mm x 2 mm, sendo 250 para cada tipo de cerâmica. As barras foram lixadas e polidas e distribuídas em 5 grandes grupos com 50 amostras cada e foram condicionadas com ácido fluorídrico a 10%, variando os tempos de condicionamento entre 20, 30, 40, 60 e 90 segundos. Posteriormente, foi aplicado o agente silano e uma camada fina de cimento resinoso dual. Foram então subdivididas em 5 diferentes meios de envelhecimento: termociclagem, ciclagem mecânica, ciclagem termomecânica, ciclagem intra-bucal e controle. Após os ciclos, as amostras foram submetidas ao teste de resistência à flexão, em uma máquina de ensaio universal EMIC, com velocidade de 1mm/min. Os valores médios foram submetidos a análise estatística ANOVA 2 fatores e comparação de Tukey 5%. Para a cerâmica feldspática tanto o grupo controle quanto o grupo submetido à ciclagem termomecânica apresentaram valores mais homogêneos em relação ao tempo de condicionamento. No grupo submetido à ciclagem mecânica, houve um aumento da resistência quando condicionado por 90 segundos. No grupo ciclado termicamente houve uma queda nos valores de resistência quando condicionados por 40 segundos, e no grupo intra-bucal, uma queda quando condicionados por 60 segundos. Uma expressiva diferença foi encontrada entre os grupos condicionados por 40 e 60 segundos, ambos submetidos à ciclagem intra-bucal. Para a cerâmica de dissilicato de lítio o maior valor de resistência à flexão foi obtido no grupo controle, condicionado por 90 segundos. Os menores valores de resistência à flexão foram encontrados nos grupos submetidos à ciclagem intra-bucal, condicionados por 30 e 40 segundos. Estes valores apresentaram diferença significativa com os valores obtidos no grupo controle, condicionado a 20 e 90 segundos, e dos valores do grupo de CTM, condicionados por 30 e 40 segundos. Foi realizada uma análise qualitativa da rugosidade superficial em Perfilômetro de contato e MEV. Pode-se concluir que o tempo de condicionamento não influenciou a cerâmica feldspática, porém, o

condicionamento por 30, 40 e 60 segundos na cerâmica e.max foi prejudicial à resistência à flexão. A ciclagem intra-bucal influenciou a resistência à flexão da cerâmica de dissilicato de lítio quando condicionada por 20, 40 e 90 segundos.

Palavras-chave: Cerâmicas. CAD/CAM. Resistência de materiais. Envelhecimento.

Macedo VC. *Effect of different times of conditioning and storage conditions on the flexural strength of acid-sensitive ceramics [doctorate thesis].* São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – São Paulo State University; 2011.

## **ABSTRACT**

Ceramics can be indicated for metal free crowns, since they have reached sufficient strength to withstand functional loads. The objective of this study was to evaluate the flexural strength of feldspathic bars and lithium disilicate, after different times of etching with hydrofluoric acid, and different protocols of aging. Five hundred bars (16 mm x 4 mm x 2 mm) were prepared, 250 for each type of ceramic. The bars were grounded, polished and distributed in 5 groups of 50 samples each and were etched with 10% hydrofluoric acid, varying the conditioning time (20, 30, 40, 60 and 90 seconds). Subsequently, the silane agent was applied followed by a thin layer of dual resin cement. Samples were then divided into five different ways of aging: thermal cycling, mechanical cycling, thermomechanical cycling, intra-oral cycling and control. After the cycles, the samples were subjected to flexural strength testing in a universal testing machine (EMIC), at a speed of 1 mm / min. Mean values were submitted to two-way ANOVA and Tukey test ( $\alpha = 5\%$ ). Both feldspathic ceramic control group and the group submitted to thermomechanical cycling showed more homogeneity regarding the conditioning time. In the group submitted to mechanical loading, there was an increase in the resistance when conditioning for 90 seconds. The thermally cycled group presented decrease in the strength values when conditioned for 40 seconds, and the intra-oral group, a decrease when conditioned for 60 seconds. The most significant difference was found between the groups conditioned for 40 and 60 seconds, both when submitted to intra-oral cycling. For lithium disilicate ceramic, the highest value of flexural strength was obtained in the control group, conditioned for 90 seconds. The lower values of flexural strength were found in groups submitted to intra-oral cycling, conditioned by 30 and 40 seconds. These values showed significant differences from the values obtained in the control group, etched with 20 and 90 seconds, and values of the CTM group, conditioned by 30 and 40 seconds. It can be concluded that the conditioning time did not affect the feldspathic ceramic, but 30, 40 and 60 seconds of etching time in the e.max ceramic was detrimental to the flexural strength. The intra-oral cycling affected the flexural strength of the lithium disilicate ceramic when conditioned by 20, 40 and 90 seconds.

*Keywords: Ceramics. CAD/CAM. Material Resistance. Aging.*

## 1 INTRODUÇÃO

A Odontologia como uma área da saúde tem como objetivo contribuir para o estado geral de saúde do indivíduo. Dentro das possibilidades de reabilitação da saúde, está a restituição do órgão ou estruturas dentais perdidas por meio de reconstruções que se valem de materiais e técnicas na devolução das funções.

Historicamente, o uso de ligas metálicas justificado pelos melhores resultados de biomecânica e biocompatibilidade, permitiu tratamentos com alta expectativa de longevidade. Entretanto, a estética deixava a desejar, uma vez que o material utilizado para cobertura era a resina acrílica que possuía propriedades físicas desfavoráveis (Anusavice, 2005).

Na atualidade, a restauração indireta além de preencher o requisito de função que sempre foi valorizado, surgiu à necessidade de atender também aos requisitos estéticos. Para isto pesquisadores e indústrias vêm desenvolvendo materiais que permitam bom ajuste ao dente preparado, que conta com a filosofia adesiva, aliado a propriedades mecânicas favoráveis e que possua resistência ao manchamento com propriedades óticas que permite assemelhar-se com as estruturas dentais naturais (Bottino, 2001).

Como parte deste avanço pode ser utilizado um sistema de sofisticado processamento tecnológico para produção de restaurações – o sistema CAD/CAM. Esta tecnologia baseia-se na digitalização do preparo realizado pelos cirurgiões-dentistas e através de um software as informações são transferidas para uma máquina que confecciona a restauração planejada. Devido a esta tecnologia, as cerâmicas odontológicas passaram a ser confeccionadas em blocos sinterizados ou

pré-sinterizados, fixados a um suporte para encaixe nas máquinas de usinagem. Uma das cerâmicas que compõe este sistema, com as características acima citadas é cerâmica feldspática Vitablock Mark II (Vita Zanhfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), fabricada com grão e cristais finos, formando uma estrutura quase sem defeitos ou poros em seu interior (Giordano, 2006). É um material indicado para restaurações parciais do tipo *inlay*, *onlay*, facetas e coroas anteriores, apresentando boa translucidez e propriedades mecânicas (Vita, Zanhfabrik).

Outra cerâmica com resistência mecânica melhorada é a IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que consiste em uma cerâmica de dissilicato de lítio, indicada para coroas anteriores e posteriores, restaurações indiretas (*inlays* e *onlays*), veneers e prótese sobre implantes (Ivoclar-Vivadent, 2009). A IPS e.max CAD está disponível em blocos de diversos tamanhos e cores, permitindo a cimentação com cimentos convencionais, devido sua estrutura altamente resistente, e o condicionamento da superfície com ácido fluorídrico e aplicação do agente silano para cimentação com cimentos resinosos (Wiedhahn, 2007).

No entanto, além de excelentes propriedades mecânicas, existe um fator imprescindível para o sucesso e longevidade deste tipo de restauração - a união entre a estrutura dental e as restaurações indiretas. Por esta razão, muitas pesquisas são realizadas a fim de melhorar a cimentação das peças protéticas, garantindo dessa maneira a longevidade do procedimento realizado. O condicionamento ácido da superfície interna da cerâmica possibilita o travamento mecânico entre a superfície interna da cerâmica, o cimento utilizado e o substrato. Além do condicionamento com diferentes ácidos, outros tratamentos de superfície podem ser realizados, como por exemplo, o jateamento com óxido de alumínio, silanização e irradiação com laser (Shiu et al., 2007). No entanto, a escolha do tratamento de superfície adequado depende da composição do material (Soares et al., 2005). As cerâmicas feldspáticas,

as cerâmicas à base de dissilicato de lítio e as leucíticas, por exemplo, podem ser condicionadas com ácido fluorídrico que age na matriz vítrea, para promover uma superfície favorável à adesão e também é efetivo na limpeza quando as peças foram contaminadas por saliva (Borges et al., 2003; Ayad et al., 2008; Klosa et al., 2009). Em contrapartida as cerâmicas infiltradas a base de zircônia e alumina não respondem bem a este tipo de condicionamento ácido (Valandro et al., 2005; Casucci et al., 2009).

A literatura mostra que alguns tratamentos de superfície podem causar prejuízos às propriedades mecânicas das cerâmicas. Para exemplificar, o jateamento com partículas de óxido de alumínio pode induzir tensões, dependendo do tempo e da pressão, iniciando uma transformação de fase das formas tetragonal e monoclinica, formando micro trincas que reduzem as propriedades mecânicas da zircônia (Sato, 2008; Souza, 2009). Por esta razão, um fator muito importante é identificar se o tempo de condicionamento ácido influencia nas propriedades mecânicas das cerâmicas.

Alguns autores variaram o tempo de condicionamento para avaliar a resistência de união com os cimentos resinosos (Saraçoglu et al., 2004; Leite, 2005; Kukiattrakoon, Thammasitboon, 2007; Saavedra, 2008). Porém, poucos são os trabalhos que relacionam o tratamento de superfície, o tempo de condicionamento ácido com a resistência coesiva da cerâmica. A exposição das cerâmicas à base de dissilicato de lítio por mais que 20 segundos a ação do ácido fluorídrico, pode levar ao enfraquecimento da sua estrutura (Kiyani et al., 2007; Addison et al., 2007; Hooshmand et al., 2008; Zogheib et al., 2011). A questão agora é analisar se o tempo de exposição ao ácido fluorídrico é inversamente proporcional à resistência mecânica das cerâmicas e também se a utilização dos sistemas adesivos e cimentos resinosos melhorariam esta situação, principalmente, após submetê-los a diversos tipos de envelhecimento.

Quando as restaurações indiretas são cimentadas, ficam expostas a condições adversas. O envelhecimento artificial pode ser realizado para simular situações do uso das restaurações *in vivo*, ou seja, no ambiente oral. Entre os procedimentos que podem ser utilizados podemos citar a ciclagem mecânica e a termociclagem. Na cavidade bucal, as forças aplicadas sobre os materiais desenvolvem ciclagem de impulsos mecânicos que podem ser simulados por uma ciclagem mecânica, que tende a se aproximar das condições fisiológicas geradas pelo ciclo mastigatório (Itinche et al., 2004). Este procedimento tem sido utilizado para determinar a sobrevivência do material restaurador ao longo do tempo. A ciclagem mecânica dos diferentes tipos de cerâmicas odontológicas demonstrou que 50N aplicados em 1.200.000 ciclos, corresponde ao envelhecimento de aproximadamente 5 anos (Rosentritt et al., 2008). Além disso, durante a simulação, fendas ou desgastes superficiais contribuem para deterioração do material e para redução da resistência a fratura do mesmo (Rosentritt et al., 2009).

Através da ciclagem térmica ou termociclagem, que consiste em banhos de água com diferentes temperaturas durante vários ciclos (5° C e 55° C por 30 segundos), pode-se reproduzir uma situação que ocorre *in vivo* quando são ingeridos alimentos quentes e frios. Os ciclos da termociclagem são responsáveis pelo envelhecimento, ou seja, reproduzem anos de uso das restaurações.

O meio bucal, como um ambiente complexo e agressivo, apresenta outros fatores que podem interferir nas propriedades mecânicas: adesão de microorganismos, pH salivar entre outros. A formação da película salivar na superfície de dentes e restaurações é considerada o primeiro passo para formação da placa. Esta película é decisiva na adesão microbiana, pois seus constituintes podem interagir com os microorganismos orais, diretamente através de receptores localizados nos microorganismos, ou indiretamente pela influência de condições termodinâmicas (Hahnel et al., 2009).

Além desses fatores a rugosidade superficial do substrato ou dos diferentes materiais restauradores, determina a adesão dos microrganismos (Hahnel et al., 2008; Kantorski et al., 2008; Meier et al., 2008). Apesar de muitos estudos avaliarem a formação do biofilme sobre os materiais, poucos estudos relacionam a presença deste biofilme com as propriedades mecânicas dos materiais restauradores. A grande maioria destes trabalhos é realizada *in vitro*, não observando, portanto, as formas mais complexas presentes no meio bucal. Alguns autores realizaram estudos nos quais as amostras de cerâmica e outros materiais restauradores eram posicionados na face vestibular de dispositivos intra-bucais, individualizados para uso de voluntários (Auschill et al., 2002; Pereira, 2007). Estes dispositivos eram usados por períodos que variavam de 4 horas até 2, 3, 5 e 7 dias, para que fossem avaliadas a formação de biofilme, a espessura deste biofilme e quais bactérias ficaram aderidas a ele.

Inúmeros ensaios mecânicos podem ser realizados para avaliar as propriedades das cerâmicas odontológicas. O teste de resistência à flexão é considerado confiável, pois a máxima tensão ocorre dentro de uma área central de carga. Este método é adequado para avaliar o efeito das condições da superfície na resistência, ou seja, o quanto a superfície e os tratamentos que são realizados sobre ela interferem no seu comportamento estrutural (Hooshmand et al., 2008). As microporosidades que são formadas durante o condicionamento ácido, no entanto, são preenchidas posteriormente pelo cimento, que também influenciam na resistência das cerâmicas (Saavedra, 2008), demonstrando maiores valores quando comparados com as que não foram cimentadas. Frente a estes resultados podemos dizer também que a espessura do cimento, bem como suas propriedades intrínsecas, influenciam na resistência à flexão das cerâmicas (Furukawa et al., 2002).

Diante do exposto faz-se necessário conhecer os efeitos do ácido fluorídrico sobre a superfície das cerâmicas em longo prazo,

através da exposição das peças condicionadas a situações de tensão que ocorrem *in vivo*, como alteração de temperatura, ataques bioquímicos, microbianos e sob tensão.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Cerâmicas e Sistema CAD/CAM

As cerâmicas são estruturas não-metálicas, inorgânicas e contêm principalmente composto de oxigênio com um ou mais elementos metálicos e não metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, fósforo, potássio, silício, sódio, titânio e zircônia) (Anusavise, 2005). São formadas basicamente por duas fases: fase vítrea, que é a matriz amorfa que envolve os cristais e a fase cristalina, formada pelos óxidos que compõem as cerâmicas (Craig, 2004).

A fase vítrea da cerâmica produz propriedades físicas típicas de um vidro, apresentando características e propriedades dos sólidos não cristalinos, como viscosidade, temperatura de transição vítrea, temperatura de fusão, coeficiente de expansão térmica, dureza e susceptibilidade à fratura devido a sua estrutura irregular e a ausência de planos atômicos como os presentes em materiais com estrutura cristalina verdadeira, no caso dos metais. A fase vítrea é responsável pela maior limitação dos materiais cerâmicos que é a facilidade de propagação de trincas (Van Noort, 2004).

A fase cristalina da cerâmica é responsável pelas propriedades mecânicas do material. Uma fase cristalina importante é a leucita ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ), que foi o primeiro componente ou agente modificador largamente acrescido em proporções de 17 a 25% em relação à massa de cerâmica feldspática. A leucita apresenta alto coeficiente de contração e expansão térmica, o que possibilitou

compatibilidade com os coeficientes das ligas metálicas áureas e o desenvolvimento de um sistema, conhecido como metalocerâmico, o qual persiste com alta popularidade, previsibilidade e longevidade até os dias atuais, com eficiência comprovada ao longo de quase 50 anos de aplicação clínica (Guerra et al., 2007).

Entre as características vantajosas deste material podemos citar o fato de ser um material bioativo, podendo interagir com os tecidos vivos, ter alta resistência ao desgaste, ter estabilidade de cor, ser isolante térmico e elétrico (baixa condutividade, difusibilidade térmica e elétrica), apresenta excelentes propriedades ópticas, resultando em trabalhos estéticos satisfatórios. Apresenta, no entanto, como desvantagens, ser friável e possuir baixa resistência à compressão e ao cisalhamento (Craig, 2004).

Como possibilidade de aumentar a resistência mecânica deste material, para que fossem utilizados como infra-estrutura em próteses livres de metal, foram desenvolvidos outros tipos de cerâmicas e outras técnicas de confecção.

Por volta dos anos 80, foi introduzida na odontologia uma tecnologia chamada de sistema CAD/CAM (Computer-aided design and computer-aided manufacturing). Através deste sistema um preparo, ou mesmo o modelo de um preparo para pilar protético é escaneado e digitalizado em um *software*, que reconhece as informações. Neste *software* é desenhada a estrutura protética requerida sob as condições individuais do paciente, e em seguida, é realizada sua confecção em uma máquina de fresagem (Liu, Essig, 2008). O sistema Cerec (Sirona Dental Systems), um dos mais utilizados atualmente foi introduzido na odontologia em 1985 por seus criadores Mörmann e Brandestini (Otto, Schneider, 2008). Existem disponível no mercado diferentes tipos de sistemas CAD/CAM, dos quais os mais comuns são os utilizados em laboratório, em consultório ou centro laboratorial terceirizado para fresagem. Quando estes sistemas foram introduzidos a intenção era

simplificar e facilitar o trabalho para confecção das restaurações cerâmicas, tendo como vantagens a boa relação custo – benefício, a redução do tempo de laboratório e controle de qualidade (Miyazaki et al., 2009).

O sistema CAD/CAM utiliza blocos pré-sinterizados com desenho especial para fixação na máquina de fresagem. Muitos materiais cerâmicos estão disponíveis para este sistema, Vitablock Mark II (Vita), IPS e.max CAD (Ivoclar), Vita In Ceram Spinell, Alumina e Zirconia (Vita) entre outras.

A cerâmica Vitablock Mark II é uma cerâmica feldspática fabricada com pó de fina granulação, com finos cristais que promovem uma melhor aproximação, resultando em uma estrutura com pouco ou quase nenhum defeito ou porosidade. Esta configuração, melhora suas propriedades ópticas proporcionando melhor polimento, diminui o desgaste do esmalte do dente antagonista e aumenta sua resistência mecânica (Giordano, 2006). Segundo o fabricante, a cerâmica Vitablock Mark II apresenta resistência de aproximadamente 130 MPa sem polimento e de 160 MPa após o glaze. Apresenta módulo de elasticidade de 63 GPa,

Muitos estudos têm sido realizados com o passar dos anos para avaliar a eficiência do sistema CAD/CAM bem como dos blocos cerâmicos utilizados neste sistema. Pallesen e Dijken em 2000, avaliaram as restaurações inlays confeccionadas com cerâmicas feldspáticas processadas pelo sistema CAD/CAM após 8 anos de cimentação. Neste estudo foram utilizadas 16 restaurações inlays de cada cerâmica - Dicor (Dentsply) e Vitablock Mark II (Vita). Concluíram que após oito anos muitas restaurações encontravam-se satisfatórias, e cerca de 4% a 5% falharam por fratura da restauração, que é o principal fator de falha.

Outro estudo com o período de avaliação mais longo, de 15 anos, realizado por Otto e Schneider em 2008, analisou 200 inlays e onlays. Concluíram que a taxa de sobrevivência clínica foi de 88,7% após 17

anos de acompanhamento e que as restaurações confeccionadas com a cerâmica feldspática Vitablock Mark I foram consideradas aceitáveis para prática clínica.

A cerâmica IPS e.max CAD é composta por quartzo, dióxido de lítio, óxidos de fósforo, de potássio, alumina e entre outros. Os blocos usináveis são processados por aquecimentos, fusões e esfriamentos, com nucleação simultânea de dois cristais diferentes e o crescimentos dos cristais. O processo de cristalização parcial forma cristais de metasilicato de lítio, responsáveis pelas propriedades mecânicas de alta resistência e estabilidade das bordas, mesmo antes da cristalização total. Microestruturalmente, os blocos pré-sinterizados apresentam 40% de cristais de metasilicato de lítio em forma de placas, embebidas em uma matriz vítrea. O tamanho destes cristais varia de 0,2 a 1,0 $\mu$ m. Após a sinterização e completa cristalização, a microestrutura muda para 70% cristais finos de dissilicato de lítio embebidos em uma matriz vítrea (Ritter, 2010).

Devido a sua maior resistência mecânica a IPS e.max CAD pode ser utilizada, além de restaurações inlay e onlay, como infraestrutura de próteses fixas de três elementos, bem como coroas totais posteriores livres de metal e restaurações indiretas. Dados do fabricante e alguns estudos demonstram que a resistência à flexão desta cerâmica se aproxima de 360 MPa (Wiedhahn, 2007).

As restaurações confeccionadas com IPS e.max CAD podem ser cimentadas tanto com cimentos de ionômero de vidro e fosfato de zinco, quanto com cimentos resinosos, que utilizam o condicionamento com ácido fluorídrico.

Um estudo para avaliar a longevidade de restaurações confeccionadas com IPS e.max CAD, mostrou que após dois anos de uso as coroas permaneceram satisfatórias, não apresentando nenhuma fratura (Fasbinder et al., 2010). Estudos que utilizaram as cerâmicas IPS Empress e IPS Empress II, esta última de dissilicato de lítio,

demonstraram uma taxa de sucesso de 86,7% em 4 anos de avaliação, e de 93% em 8 anos de uso de próteses fixas de três elementos (Esquivel-Upshaw et al., 2008; Wolfart et al., 2009). A cerâmica IPS Empress II, possui a mesma composição básica da IPS e.max CAD, diferindo principalmente pelo modo de aplicação. A Empress II é uma cerâmica prensável pelo calor, injetável, e a IPS e.max CAD é uma cerâmica usinável. Dessa forma, é possível extrapolar estes achados para esta a cerâmica IPS e.max CAD.

Tanto a cerâmica feldspática Vitablock Mark II como a cerâmica IPS e.max CAD, utilizadas neste estudo, podem ser condicionadas com ácido fluorídrico, pois possuem uma fase vítrea que pode ser modificada por este ácido. Estas podem ser classificadas como cerâmicas ácido – sensíveis (Valandro et al., 2005).

## **2.2 Tratamento de superfície**

O grande avanço das propriedades das cerâmicas, devido à crescente preocupação com a resistência e estética, tem possibilitado empregá-las em técnicas, sem a presença de metal como infra-estrutura, em busca da reprodução natural dos tecidos dentais (Itinoche et al., 2004).

Atualmente podem ser confeccionadas restaurações de inlays, onlays e overlays em cerâmicas livres de metal. No entanto, para cimentação destas peças é necessário um tratamento da superfície interna das próteses. Durante o processo de preparo de restaurações totalmente cerâmicas a serem cimentadas, existe a necessidade de se utilizar sistemas adesivos e cimentos resinosos (Wolf et al., 1993; De Goes, 1998) o que permite uma adesão com a estrutura dental. Para que o cimento resinoso se una com a cerâmica, é preciso condicionar com

ácido a superfície, possibilitando o intertravamento mecânico com a utilização de uma molécula organofuncional conhecida como silano, que promove a adesão entre os substratos inorgânicos (cerâmica) e os polímeros orgânicos (cimentos resinosos) (Stangel et al., 1987; Addison et al., 2007).

O tratamento de superfície consiste em condicionamentos químicos (condicionamento com ácido fluorídrico, ácido fosfórico, ácido ortofosforico, flúor fosfato acidulado), e mecânicos (jateamento com óxido de alumínio, desgaste com pontas diamantadas, irradiação com laser) (Shiu et al., 2007).

O condicionamento com ácido fluorídrico age na matriz vítrea, permitindo que se formem microretenções, que são preenchidas com os agentes de silanização (Bottino, 2001; Ozcan, Vallittu, 2003). O tratamento de superfície é determinado pela sensibilidade da cerâmica ao ácido fluorídrico, conforme estudo de alguns autores (Valandro et al., 2005; Chaiyabutr et al., 2008; Casucci et al., 2009) e podem ser classificadas em: ácido-sensíveis - cerâmicas que sofrem alteração morfológica da superfície pelo ácido fluorídrico (cerâmica feldspáticas, leucíticas e à base de dissilicato de lítio), criando um padrão topográfico que favorece a retenção micro mecânica; ou ácido-resistentes – cerâmicas que não sofrem alteração morfológica pela atuação do ácido fluorídrico.

Com o condicionamento ácido a microestrutura da matriz vítrea é modificada. Para avaliar como ocorrem estas modificações Della Bona e Anusavice em 2002, avaliaram a topografia superficial criada em 15 tipos de cerâmica e três tipos de condicionadores (Gel de Bifluoreto de Amônio, Flúor Gel Fosfato Acidulado e Ácido Fluorídrico). Observaram que a topografia superficial era diferente para cada tipo de composição das cerâmicas e que cada condicionador modificou a superfície diferentemente. O ácido fluorídrico, por exemplo, promoveu irregularidades em forma de poros; diferente do gel de bifluoreto de

amônio que promoveu irregularidades em forma de fenda. Concluíram que os maiores valores de rugosidade foram obtidos pelo ácido fluorídrico, demonstrando um padrão topográfico mais rugoso e irregular em todas as cerâmicas.

Para verificar se estes maiores valores de rugosidade e topografia mais rugosa resultariam em melhor resistência de união, Della Bona e colaboradores, em 2002 realizaram um estudo com os mesmos condicionadores acima citados, em cerâmicas vítreas com aplicação ou não de silanos, e teste de tração. Comprovaram que o ácido fluorídrico obteve os maiores valores de resistência de união.

Segundo Stangel e colaboradores, em 1987, quanto maior a concentração e o tempo de exposição da superfície cerâmica ao ácido fluorídrico, são identificadas porosidades maiores e com mais frequência. O condicionamento com o ácido fluorídrico aumentou os valores médios de resistência ao cisalhamento. A utilização do silano sobre a cerâmica, quando comparado à resina fluida, aumentou de maneira significativa a resistência adesiva ao cisalhamento. A combinação do adesivo dentinário ao silano, entretanto, aumentou a resistência adesiva apenas nas amostras não condicionadas. Os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento ocorreram quando a superfície da cerâmica foi condicionada seguida da aplicação do silano ou com a associação do silano ao adesivo dentinário.

Uma questão muito importante é se o tempo de condicionamento ácido influencia nas propriedades mecânicas das cerâmicas. Um estudo realizado por Kukiattrakoon e Thammasitboon, em 2007, com cerâmicas Empress I analisou o efeito de diferentes tempos de condicionamento com flúor gel fosfato acidulado na resistência de união ao cisalhamento entre cerâmicas com alto teor de leucita e cimento resinoso. Utilizaram o flúor gel fosfato acidulado por tempos que variaram de 1 a 10 minutos e ácido fluorídrico 9,6% por 4 minutos. Concluíram que os valores de resistência de união ao cisalhamento nos grupos tratados

com flúor gel fosfato acidulado nos tempos de 7 a 10 minutos não demonstraram diferenças estatísticas em relação ao ácido fluorídrico 9,6% por 4 minutos.

Outro estudo de Chen e colaboradores, 1998, avaliou o efeito de diferentes agentes condicionadores, tempos de condicionamento e a combinação do uso do condicionamento e silano na resistência de união entre cerâmica e resina composta. No grupo 1 não foi realizado tratamento de superfície, sendo metade das amostras tratadas com Clearfil New Bond e, a outra metade, com o Clearfil Porcelain Bond. Nos grupos 2 e 3 foram divididos em seis subgrupos com 16 amostras cada, com aplicação do ácido fluorídrico a 2,5% e a 5%, respectivamente, pelos tempos de 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. Em metade das amostras de cada subgrupo foi aplicado um agente de união autopolimerizado sem silano (Clearfil New Bond) e, na outra metade, o agente de união com silano (Clearfil Porcelain Bond). Os resultados para o grupo que não recebeu condicionamento ácido indicaram que o uso do silano foi efetivo para promover aumento na resistência adesiva. O condicionamento ácido seguido da silanização aumentou a resistência de união, exceto para o tempo de 90 e 150 segundos. O tempo de condicionamento ácido não foi estatisticamente significativo. Para o ácido com concentração de 5%, os valores de resistência de união foram influenciados pelo agente de união, pelo tempo de condicionamento e pela interação entre eles. A diferença nos valores de resistência de união entre o grupo que só recebeu o condicionamento ácido e o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silano foi maior para essa concentração ácida. Os maiores valores de resistência de união foram encontrados também para o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silanização. Para as duas concentrações ácidas, os resultados mostraram que a superfície tratada por mais de 60 segundos apresentou maiores rugosidades que condicionada por 30 segundos.

Quando Leite (2005) propôs em seu trabalho, avaliar se os diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico não influenciariam nos valores de resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso; e se a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do ácido fluorídrico aumentaria os valores de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso, descobriu que diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico não influenciam os valores de resistência de união. Além disso, a eliminação dos precipitados do ácido fluorídrico após o condicionamento, independentemente do tempo de condicionamento, aumenta os valores de união entre a cerâmica e o cimento resinoso. Em estudo semelhante, Saraçoglu e colaboradores, 2004, concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico promoveu os maiores valores de resistência de união que os outros métodos. Os valores de resistência de união foram diretamente proporcionais a um aumento de tamanho e profundidade dos poros. O condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 40 segundos obteve os maiores valores de resistência de união em comparação aos outros métodos e as outras concentrações e tempos de condicionamento ácido.

Para a cerâmica de dissilicato de lítio, diversos tratamentos de superfície foram propostos. Como dito anteriormente, as cerâmicas de dissilicato de lítio possuem resistência suficiente para serem cimentadas com cimentos convencionais. Por outro lado, sua fase vítrea também pode ser modificada por condicionadores químicos. Alguns estudos realizaram o tratamento de superfície desta cerâmica com jateamento de óxido de alumínio, com partículas de sílica, associação entre os jateamentos, condicionamento com ácido fluorídrico, associação de condicionamento com ácido fluorídrico e jateamentos, aplicação ou não do agente silano, e concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico foi efetivo para uma boa resistência de união, produzindo melhores irregularidades (Nagai et al., 2005; Kiyan et al., 2007; Panah et al., 2008).

Apesar da necessidade do condicionamento ácido para melhorar a resistência de união entre as restaurações cerâmicas e a estrutura dental, muito pouco se sabe dos efeitos que estas irregularidades podem provocar nas propriedades mecânicas das cerâmicas. Na possibilidade de fragilizar a estrutura da restauração, levaria a falhas por fratura e não por perda de retenção à estrutura dental.

O estudo realizado por Hooshmand et al., 2008, constatou o efeito deletério do ácido fluorídrico através da avaliação do efeito do condicionamento ácido na resistência à flexão biaxial de duas cerâmicas prensadas IPS Empress e Empress 2 (Ivoclar). As cerâmicas foram condicionadas por um período de 2 minutos, e os resultados demonstraram que este tempo foi suficiente para expor à superfície prolongamentos dos cristais de dissilicato de lítio sobressaindo da matriz vítrea. Concluíram que o condicionamento pode ter um efeito fragilizador na resistência de cerâmicas tanto a base de leucita como na de dissilicato de lítio.

Se o tratamento de superfície pode criar zonas de fragilidade nas restaurações cerâmicas, com o passar dos anos, com a restauração em função, num ambiente tão agressivo como o ambiente bucal, poderá iniciar uma trinca e pelas condições inóspitas propagar para fratura.

### **2.3 Envelhecimento**

A fim de aproximar as pesquisas *in vitro* cada vez mais para a realidade do que acontece *in vivo*, diversos tipos de simuladores, de máquinas de ciclagens foram introduzidas na Odontologia, para tentar imitar as situações que ocorrem no ambiente bucal. Dentre estas máquinas e simuladores podemos citar: simulador de fadiga mecânica

(para ciclagem mecânica), equipamento de desgaste termomecânico (para ciclagem termomecânica), máquina de banho cíclico térmico (para ciclagem térmica), entre outros.

A ciclagem térmica ou termociclagem consiste em banhos de água com diferentes temperaturas durante vários ciclos. Por exemplo, água com temperatura de 5° C por 30 segundos, alternando em banhos de água com temperatura de 55°C por 30 segundos. Este procedimento reproduz uma situação que ocorre *in vivo* quando são ingeridos alimentos quentes e frios.

Em uma revisão de literatura, Amaral e colaboradores em 2007, avaliaram diversos estudos sobre envelhecimento por termociclagem. O envelhecimento por termociclagem promove repetidas tensões de contração e expansão, resultando em propagação de trincas e fraturas, perda de retenção, formação de fendas nas interfaces, acelerando a degradação das restaurações. Além disso, a absorção de água e a degradação hidrolítica durante o processo exercem efeito deletério nos materiais. Uma das principais dificuldades encontradas para comparação entre os estudos que utilizam este tipo de envelhecimento são os diferentes números de ciclos, diferentes tempos em cada banho, o tempo de intervalo entre os banhos, entre outros. A consequência destes desencontros é que os resultados obtidos são muitas vezes contraditórios.

Outra dificuldade é encontrar um consenso da equivalência dos ciclos com o tempo de uso clínico. Existem estudos que indicam que 10.000 ciclos térmicos equivalem a um ano de uso *in vivo* (Gale, Darvell, 1999), que 10.000 ciclos equivalem a cinco anos (Behr et al., 2001; Behr et al., 2003; Lehmann et al., 2004), ou ainda que 6000 ciclos equivalem a 5 anos de uso clínico (Fisher et al., 2009).

Kamada e colaboradores, em 1998, avaliando a influência da termociclagem e do tratamento de superfície em cerâmicas,

concluíram que o processo de ciclagem térmica não foi significativo nos valores da resistência de união para os quatro cimentos, quando o substrato cerâmico foi tratado com aplicação do agente de união contendo silano (Porcelain Bond, Kuraray) por 30s e secagem com jato de ar por 5 segundos ou com aplicação do agente de união contendo silano e secagem, após condicionamento com ácido fosfórico e lavagem. Em estudo semelhante Addison e Fleming (2004) avaliaram o efeito da termociclagem no desenvolvimento de trincas na superfície de restaurações cerâmicas condicionadas com ácido fluorídrico ou abrasão com óxido de alumínio, e concluíram que os grupos que receberam o processo de cimentação, não diferiram significativamente entre si, quando submetidos à termociclagem e o armazenamento na água, respectivamente.

Em contrapartida, Ozcan e Vallittu (2003) estudaram o efeito de três diferentes métodos de condicionamento da superfície cerâmica sobre a resistência de união a seis diferentes marcas comerciais de cimentos resinosos. Os espécimes de cada grupo foram separados aleatoriamente e submetidos aos seguintes tratamentos superficiais: (1) condicionamento com ácido fluorídrico; (2) asperização com partícula abrasiva; (3) silicatização; (4). Todos os espécimes foram testados a seco ou termociclados (6000 ciclos; 5-55°C, 30s). Concluíram que a termociclagem diminuiu de maneira significativa a resistência de união para todos os métodos de condicionamento testados.

Muitos estudos ainda devem ser realizados para avaliar o efeito da termociclagem e envelhecimento em peças que foram submetidas a tratamento de superfícies, sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas.

Na cavidade bucal, as forças aplicadas sobre os materiais desenvolvem ciclagem de impulsos mecânicos que podem ser simulados por uma ciclagem mecânica, que tende a se aproximar das condições fisiológicas geradas pelo ciclo mastigatório (Itinoche et al., 2004). Neste

estudo, as amostras foram apoiadas em um dispositivo de base metálica, que possuía a fixação de três esferas de 3,2 mm de diâmetro e equidistantes entre si, com 10 mm entre os centros das mesmas, formando um plano. Uma haste superior, com ponta de diâmetro de 1,6mm, foi fixada na pinça, para que esta induzisse os impulsos de carga de 50N por 20000 vezes, com frequência de um ciclo por segundo. O dispositivo para o ensaio foi apoiado na base da máquina, onde havia um termostato para que o teste pudesse ser realizado em meio aquoso, à temperatura constante de 37°C. Concluíram que a ciclagem mecânica não diminuiu os valores de resistência à flexão pelo método biaxial.

Em 1994, Myers e colaboradores determinaram os parâmetros de fadiga dinâmica e o tempo de vida do IPS Empress para permitir uma comparação com outros materiais cerâmicos. Concluíram que IPS Empress é suscetível à falha em meio úmido, mas é menos suscetível a fadiga e tem uma durabilidade maior (12 anos) em relação à cerâmica feldspática.

Saavedra (2008) avaliou a hipótese de que o processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico e a ciclagem mecânica influenciavam na resistência de união de restaurações cerâmicas cimentadas a pré-molares humanos. Observou que a resistência de união foi influenciada significativamente pelo tratamento superficial, ou seja, os grupos sem neutralização foram melhores do que os que sofreram neutralização. A ciclagem mecânica também teve efeito na resistência de união, pois os grupos não ciclados obtiveram maiores valores do que os ciclados. Concluiu que a neutralização do precipitado do ácido fluorídrico prejudicou significativamente a resistência de união e que a simulação clínica por meio da ciclagem mecânica foi importante para avaliar a união cerâmica – dentina.

O ensaio de ciclagem mecânica é um excelente instrumento de estudo para avaliação da durabilidade dos materiais, fornecendo informações bastante relevantes.

A máquina de desgaste termomecânico apresenta-se como um simulador de situações que ocorrem no meio bucal. Este equipamento simula o envelhecimento dos materiais odontológicos, quando utilizados ao longo dos anos. Por causa de sua simultânea mudança de temperatura, variando entre 5<sup>o</sup> e 55<sup>o</sup>C, que representa a ingestão de alimentos com diferentes temperaturas (por exemplo: sorvete, café, sopa, refrigerante); e a constante ciclagem mecânica que corresponde as cargas mastigatórias, pode avaliar a longevidade de materiais restauradores.

Muitos trabalhos têm colocado à prova materiais submetidos às ciclagens térmicas e mecânicas, porém separadamente, ou seja, amostras submetidas à ciclagem mecânica, e outros a ciclagem térmica (Oyafuso et al., 2008). Outros autores realizaram trabalhos em que as mesmas amostras foram submetidas a uma e depois a outra ciclagem (Vásquez et al., 2009). No entanto, quando este tipo de ciclagem é realizado separadamente, outros fatores interferem, podendo não representar a realidade dos fatos. Por exemplo, a água é um meio que interage diretamente com os materiais odontológicos, sejam polímeros, cerâmicos, gessos ou outros. A água interagindo primeiramente junto à ciclagem térmica tem uma influência inicial sobre a resistência mecânica e alterações estruturais na amostra. Se esta mesma amostra for submetida à ciclagem mecânica, também realizada imersa em água, maior interação e degradação pela ação da água ocorrerá, e não representará corretamente os efeitos da ciclagem térmica ou mecânica propriamente dita.

Ainda existem poucos estudos que utilizam a ciclagem termomecânica, porém Komine e colaboradores em 2004 utilizaram para avaliar a resistência à fratura de coroas posteriores cimentadas com diferentes cimentos resinosos. Neste estudo, foram reproduzidos 1.200.000 ciclos mecânicos, com frequência de 1,3 Hz e carga de 49N. Durante a fadiga mecânica, todas as amostras foram

submetidas a simultâneos banhos térmicos entre 5° e 55°C. Concluíram que a resistência à fratura foi menor nas coroas que sofreram envelhecimento, comparada as que não foram submetidas a este tratamento.

No estudo de Stappert e colaboradores em 2008, um simulador de carga mastigatória foi utilizado, juntamente com ciclos térmicos. Eles avaliaram o efeito do simulador de carga mastigatória e da termociclagem na adaptação marginal de restaurações indiretas cerâmicas e poliméricas. Este simulador foi programado para executar 1.200.000 ciclos mastigatórios, com carga de 49N e 1,6Hz de frequência, bem como realizar 5500 ciclos térmicos de 5° e 55°C, com tempo de banho de 60 segundos cada. O simulador realizava também movimentos horizontais e verticais, reproduzindo os movimentos bucais. Concluíram que para os materiais IPS Empress e Gold-Pontor MPF, o envelhecimento resultou em uma significativa desadaptação marginal.

Este tipo de envelhecimento ainda será muito utilizado devido a sua capacidade de simular algumas das situações que ocorrem *in vivo*. Pouco se sabe sobre a equivalência dos ciclos termomecânicos com o tempo de uso clínico, porém com o avanço das pesquisas esta questão poderá ser solucionada.

## **2.4 Material restaurador e biofilme**

Os testes realizados *in vitro* reproduzem situações e condições presentes no meio bucal. Muitos estudos foram realizados *in situ*, *in vivo* e *in vitro*, para avaliar a aderência de bactérias do biofilme em dentes e materiais restauradores.

Em um estudo realizado por Adamczyk e Spiechowicz (1990), vinte pacientes que precisavam de tratamento restaurador

receberam coroas totais de resina acrílica, liga de prata-paládio e cerâmica (Vita VMK 68). Avaliaram a quantidade de biofilme formado sobre toda a dentição em vários períodos após a cimentação (1, 3, 24, 48 horas, 3 e 7 dias). Na segunda parte do estudo, três tipos de restaurações (metálica, resina acrílica e cerâmica) foram confeccionadas em dez pacientes e cimentadas provisoriamente. A quantidade de biofilme formado sobre as coroas provisórias foi avaliada nos períodos de 1, 3 e 24 horas através de MEV. Amostras de biofilme coletadas em 24 horas foram avaliadas quanto a sua composição química. Os resultados demonstraram que superfícies dentárias naturais de pacientes que receberam restaurações cerâmicas apresentaram menos biofilme em todos os períodos. Os achados com MEV confirmaram os resultados clínicos. Coroas metálicas apresentaram maior quantidade de biofilme distribuído de forma densa. Coroas de resina acrílica também apresentaram grande quantidade de biofilme, mas frouxamente distribuído.

A cerâmica, quando comparada a outros materiais restauradores, apresenta pouca adesão de biofilme a sua estrutura. Alguns autores realizaram estudos nos quais as amostras de cerâmica e outros materiais restauradores eram posicionados na face vestibular de dispositivos intra-buciais, individualizados para uso de voluntários (Castellani et al., 1996; Hannig, 1999; Auschill et al., 2002; Pereira, 2007). Estes dispositivos eram usados por períodos de tempo que variavam de 4 horas até 2, 3, 5 e 7 dias, para que fossem avaliadas a formação de biofilme, a espessura deste biofilme e quais bactérias ficaram aderidas a ele. A maioria destes estudos concluíram que maior número de microrganismos foi relacionado à rugosidade superficial e não ao tipo de material.

Apesar de muitos estudos avaliarem a formação do biofilme sobre os materiais, poucos estudos relacionam a presença do biofilme com as propriedades mecânicas dos materiais restauradores. Um

estudo *in vitro* realizado por Fúcio e colaboradores (2008), avaliou o efeito da interação entre o biofilme e os materiais restauradores na dureza dos materiais testados. Para o estudo utilizaram 25 discos de cada material: a cerâmica IPS Empress 2, a resina Filtek Supreme, o cimento de ionômero de vidro modificado por resina Vitremer e o cimento de ionômero de vidro convencional Ketac Molar Easymix. Os discos foram divididos em três grupos de armazenagem: 1) Em ambiente com umidade relativa de 100% (n=5); 2) em meio de crescimento (BHI e 1% de sacarose) (n=5); 3) Meio de crescimento com biofilme de *Streptococcus mutans* (n=15). A dureza das amostras foi medida antes do armazenamento. Após 30 dias, a dureza das amostras foi mensurada novamente. Concluíram que os meios de armazenagem por 30 dias não tiveram influência sobre a dureza da cerâmica IPS Empress 2.

A presença do biofilme bem como a influência de enzimas salivares sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas são pouco conhecidas, havendo desta forma a necessidade de estudá-las.

## **2.5 Resistência à flexão**

As cerâmicas odontológicas apresentam muitas propriedades satisfatórias, porém sua resistência à flexão é considerada baixa, variando em torno de 104 MPa (Anusavice, 2005). No entanto, este tipo de ensaio reflete algumas forças existentes *in vivo*, ou seja, na boca as restaurações cerâmicas são submetidas a uma força que causa flexão nas peças protéticas.

O teste de resistência à flexão três pontos consiste em um corpo-de-prova em forma de barra, que será apoiado através de suas duas extremidades em uma base. Sobre esta barra será exercida uma força compressiva através de uma ponta em formato de fenda, que estará

acoplada na célula de carga de uma máquina de ensaio universal, e incidirá no centro da barra até sua fratura.

A resistência á flexão é geralmente considerada uma propriedade mecânica importante e significativa para os materiais friáveis, uma vez que este tipo de material possui resistência à flexão menor do que a resistência à compressão (Della Bona et al., 2003). As análises das falhas realizadas em diversos estudos demonstram que as falhas catastróficas obtidas por meio deste teste têm início sempre na superfície de tração ou superfície interna das coroas, ou seja, na superfície de cimentação (Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1994; Dong, Darvell, 2003; Della Bona et al., 2004) .

Um cuidado especial deve ser tomado no preparo das amostras para este tipo de teste, uma vez que defeitos na superfície e nas arestas podem levar a uma propagação da fratura como a que ocorre nos testes de tenacidade à fratura. Portanto, é necessária, além do polimento adequado da superfície, a confecção de um chanfro manual, ou seja, um arredondamento das arestas, como indicado na norma ISO 6872 para cerâmicas odontológicas (Della Bona et al., 2004).

Outro fator que segundo Della Bona e colaboradores, em 2003, influencia nos resultados obtidos pelo teste de resistência à flexão é o ambiente em que o teste é realizado – se em ambiente úmido ou seco. Os testes realizados realizados em ambiente úmido apresentaram valores de resistência menores em relação aos testados em ambiente seco. Isso ocorre, pois a água interage com a ponta da trinca, criando condições mais favoráveis para a sua propagação e falha catastrófica.

Em 1993, Yen e colaboradores estudaram os efeitos do condicionamento ácido sobre a resistência flexural de restaurações cerâmicas. Dois sistemas foram avaliados: cerâmica feldspática (Mirage, Myron Internacional, Kansas) e a cerâmica vítrea fundida (Dicor, Dentsply, Int), com seus respectivos agentes condicionadores, ácido hidrófluorídrico e amônio Bifluoreto. Todos os espécimes foram armazenados em água

37°C por uma semana e levados para o ensaio mecânico de resistência a flexão 3 pontos. O ensaio mecânico foi realizado na água a 37°C, usando a máquina Instron, com velocidade de 0,5mm/min com célula de carga de 5KN. Os resultados mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores médios de resistência à flexão para ambas cerâmicas estudadas, quanto à presença ou ausência do condicionamento e também para o tempo do condicionamento ácido.

Addison e colaboradores em 2007, também estudaram o impacto que o condicionamento com o ácido fluorídrico exerce em uma cerâmica feldspática de baixa fusão, por meio do ensaio mecânico de flexão biaxial. Concluíram que o processo de condicionamento da cerâmica feldspática é dinâmico e o impacto é dependente do substrato, topografia superficial, concentração do ácido e do tempo de condicionamento. Uma redução significativa da resistência flexural de uma cerâmica feldspática de baixa fusão foi demonstrada pelo condicionamento e limpeza, evidenciando a existência de defeitos superficiais que se modificam em função do tempo de condicionamento e concentração do ácido fluorídrico.

Estes dados concordam com os achados de Zogheib e colaboradores, em 2011, que em seu estudo variou os tempos de condicionamento com ácido fluorídrico em 20, 60, 90 e 180 segundos, e concluíram que com o aumento do tempo de condicionamento há uma redução nos valores de resistência das cerâmicas à base de dissilicato de lítio.

Desta forma, os parâmetros do teste de resistência à flexão foram considerados para escolha da metodologia utilizada neste estudo, utilizando-a para avaliar o desempenho de estruturas cerâmicas em ambiente úmido, mantendo a superfície de cimentação sob carga de tração durante o ensaio.

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo neste estudo foi avaliar, por meio do ensaio de resistência à flexão, o comportamento de uma cerâmica feldspática (Vitablock Mark II), e uma cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD), ambas do sistema CAD/CAM, submetidas a diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico e diferentes condições de envelhecimento.

Dessa forma, diante dos objetivos as hipóteses nulas testadas são:

H<sub>0</sub> 1- Os diferentes tempos de condicionamento não influenciam na resistência à flexão das cerâmicas de dissilicato e lítio e feldspáticas.

H<sub>0</sub> 2- Os diferentes protocolos de envelhecimento não diminuem a resistência à flexão de ambas cerâmicas.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

Os materiais utilizados neste estudo, sua classificação e composição estão listados no quadro 1.

Quadro 1 - Marca comercial, fabricante, classificação e composição dos materiais utilizados

<b>MATERIAL</b>	<b>FABRICANTE</b>	<b>CLASSIFICAÇÃO</b>	<b>COMPOSIÇÃO*</b>
Vitablock Mark II	VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha	Cerâmica	Mistura de partículas feldspáticas cristalinas, embebidas em matriz vítrea
IPS e. max CAD	Ivoclar-Vivadent, Schaan Liechtenstein	Cerâmica	Quartzo, dióxido de lítio, óxido de alumina.
Ácido fluorídrico a 10%	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	Condicionador de Porcelanas	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante.
Ceramic Primer	3M ESPE	Silano	Solução alcoólica de agente silano ativo e estabilizado
RelyX ARC	3M- ESPE	Cimento Resinoso Dual	Pasta A: 68% em peso de partículas de zircônia/ sílica, pigmentos sistema foto- iniciador e amina Pasta B: 67% em peso de partículas de zircônia/ sílica e peróxido de benzoíla.

\* Segundo informações do fabricante.

## 4.2 Métodos

O estudo foi delineado da seguinte maneira (figura 1):

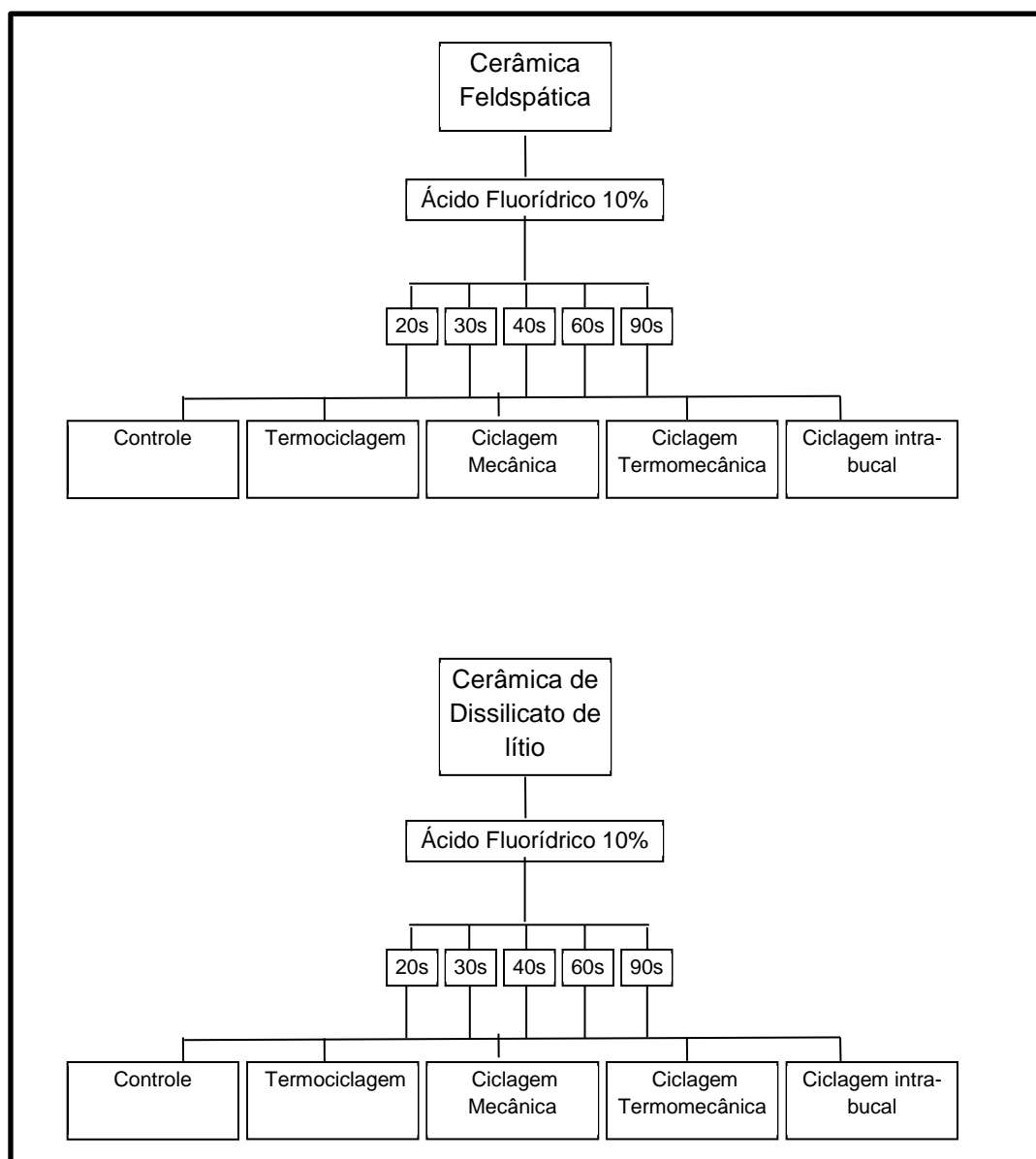
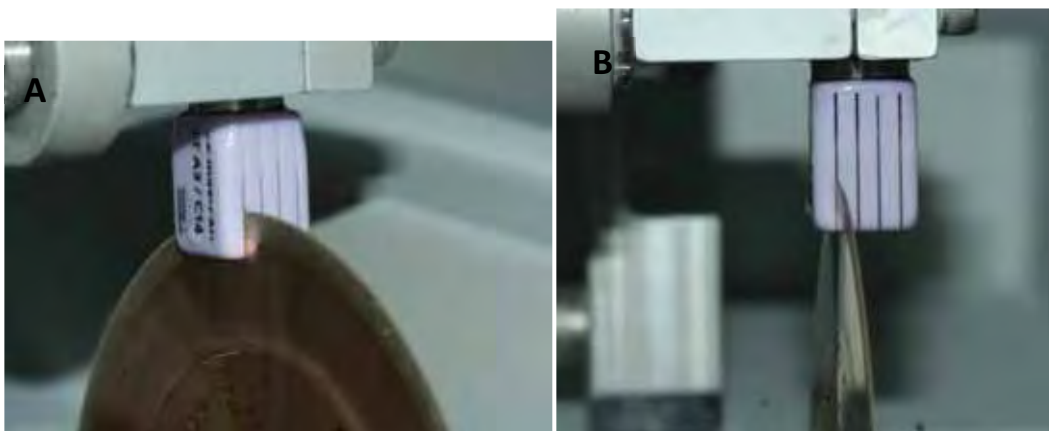


Figura 1- Delineamento do estudo

O experimento foi delineado em esquema de dois fatores, avaliando-se os diferentes envelhecimentos, os diferentes tempos de exposição ao ácido fluorídrico, independente dos dois tipos de cerâmica. A resistência à flexão foi verificada em 500 unidades experimentais distribuídas ao acaso entre os tratamentos propostos, sendo 10 unidades para cada grupo (n=10).

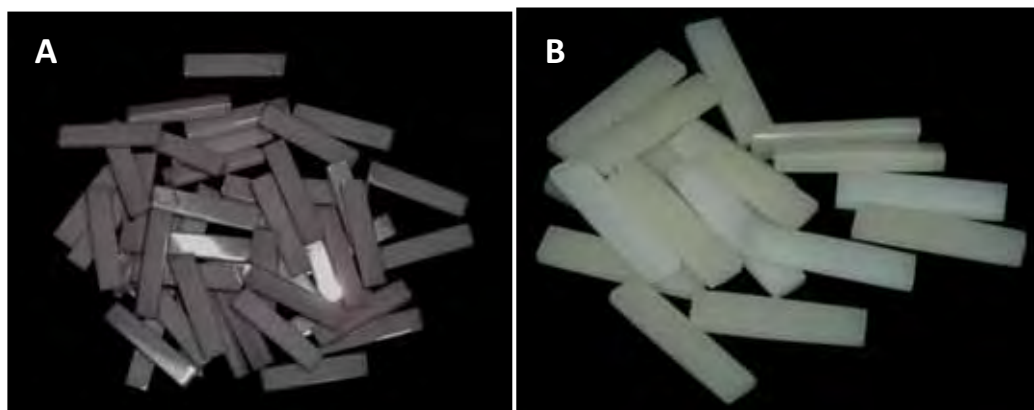
#### 4.2.1 Preparo das barras de cerâmica

Para confecção das barras cerâmicas de IPS e.max CAD e da Vitablock Mark II, os blocos foram seccionados em fatias primeiramente em cortes seriados, com discos diamantados em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler Ltd., Lake Bluf, IL). Estes cortes foram realizados até 2mm aquém do metal ao qual os blocos estão fixados. Um segundo corte foi realizado de forma perpendicular ao das fatias, a fim de se obter as barras (Fig. 2A e 2B). O terceiro e último corte foi realizado para remover as barras do metal que prende o bloco. Ao final dos cortes, as barras tiveram dimensões maiores do que as desejadas.



Figuras 2A e 2B – Cortes seriados para obtenção das amostras.

Para padronização das dimensões, as barras foram lixadas com lixas metalográficas de granulação 320, 400 e 600, polidas posteriormente com lixas de granulação 1200 (Fig. 3A e 3B). Um bisel nas arestas, preconizado pela norma ISO para flexão, foi realizado com a lixa 600 (Fig.4). As dimensões finais das barras foram de 18X4X2mm, conferidas através de um paquímetro digital (Mitutoyo)Após o polimento as cerâmicas de dissilicato de lítio, que são apresentadas em blocos pré-sinterizados, foram levados ao forno para sinterização, seguindo o ciclo de sinterização recomendado pelo fabricante.



Figuras 3 – Amostras padronizadas após a utilização de lixa metalográfica.A)Cerâmica de dissilicato de lítio; B)Cerâmica feldspática.



Figura 4 - Amostra após a realização do bisel.

#### 4.2.2 Condicionamento ácido das barras de cerâmica

Nesta etapa as 250 barras de cada tipo de cerâmica foram divididas aleatoriamente em cinco grandes grupos de 50 barras cada: grupo controle, grupo da termociclagem, grupo da ciclagem mecânica, grupo da ciclagem termomecânica e grupo da ciclagem intra-bucal. As 50 barras de cada grupo foram subdivididas em 5 subgrupos com 10 amostras cada ( $n=10$ ), de acordo com o tempo de condicionamento que receberam (20, 30, 40, 60 e 90 segundos). Os grupos foram condicionados com ácido fluorídrico a 10% (Fig.5A e 5B). Após o condicionamento (Fig. 6) foi realizada lavagem com jato de água/ar por 20 segundos (Fig. 7), seguida de secagem com jato de ar por 30 segundos.



Figuras 5A e 5B – Ácido fluorídrico utilizado para condicionamento das porcelanas.



Figura 6 – Condicionamento ácido das porcelanas.



Figura 7 - Lavagem com spray água/ar por 5 segundos

#### 4.2.3 Cimentação

As barras foram secas com jatos de ar para que receber a aplicação do silano (Fig.8). O agente de silanização Ceramic Primer (3M ESPE) foi aplicado com pincel descartável microbrush em toda extensão da barra (Fig. 9), foi aguardado 1 minuto, e aplicado um leve jato de ar por 5 segundos (Saavedra, 2008) (Fig. 10).



Figura 8 – Silano utilizado após a realização do condicionamento ácido.



Figura 9 – Aplicação de silano com microbrush após a secagem com jato de ar.



Figura 10 – Leve jato de ar por 5 s após a aplicação do silano.

O cimento resinoso de dupla ativação Relyx ARC foi manipulado conforme recomendações do fabricante, aplicado sobre a superfície tratada das barras com auxílio de uma espátula. Uma matriz de poliéster foi colocada sobre o cimento, e a barra sobre uma placa de vidro. Todo o conjunto foi posicionado em um delineador adaptado para cimentação (Fig. 11), com a superfície perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g (Fig. 12A) para escoamento do excesso de cimento (Fig. 12B). O excesso de cimento foi removido e foi realizada a fotoativação (Radii Cal- SDI) por 40 segundos de cada lado da haste do delineador (Fig. 12C e 12D).

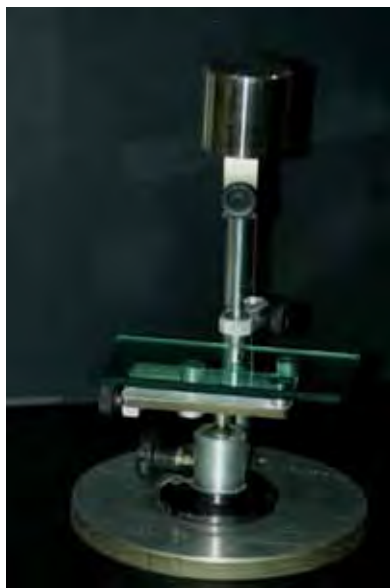


Figura 11 – Delineador adaptado para a cimentação com carga de 750g.

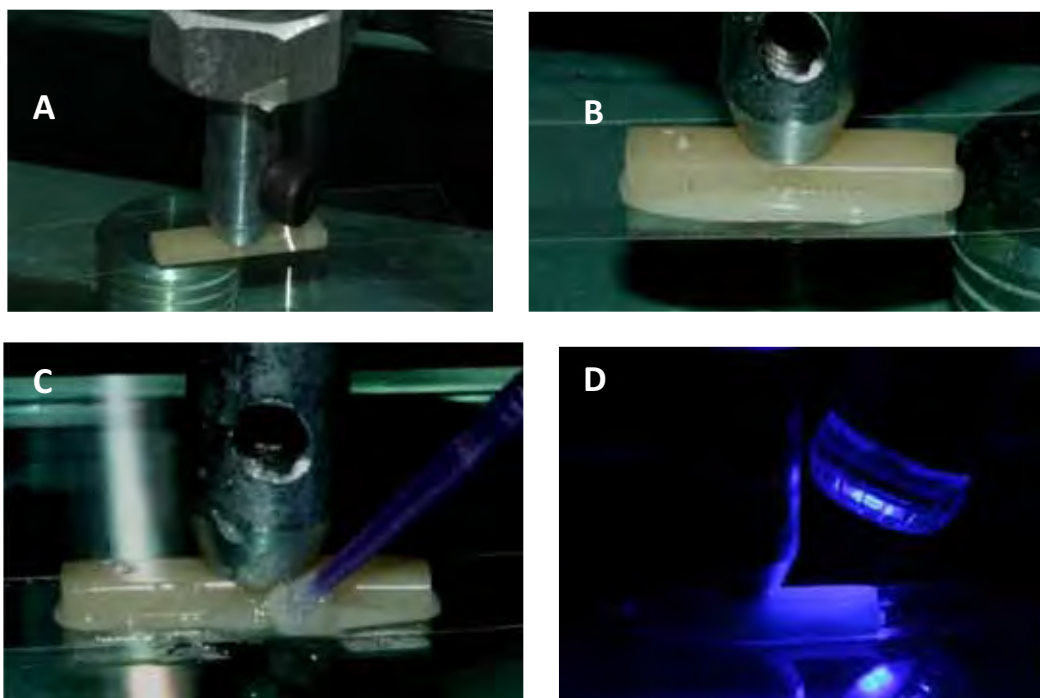


Figura 12A – Posicionamento da barra em relação à matriz de poliéster e a haste do delineador. Figura 12B – Aplicação da carga para escoamento do excesso de cimento. Figura 12C – Remoção do excesso de cimento com microbrush. Figura 12D – Fotoativação.

#### 4.2.4 Ciclagens

Após a cimentação, os corpos-de-prova do grupo termociclagem foram submetidos a banhos em água com diferentes temperaturas, em uma máquina de Banho Maria Cíclico (Nova Ética). A termociclagem consiste em banhos em água a 5°C por 30 segundos, intervalo de 2 segundos, e banho em água a 55°C por 30 segundos. Foram realizados 6000 ciclos térmicos.

O grupo da ciclagem mecânica foi submetido a 1.200.000 ciclos com carga de 45 N e frequência de 3,8 Hz, em um Simulador de Fadiga Mecânica ER 11000 (Erios Equipamentos).

A ciclagem termomecânica em um Equipamento de Desgaste Termomecânico (Erios Equipamentos) foi realizada submetendo as amostras a cargas de 45N em 1.200.000 ciclos, com frequência de 3,8 Hz. Durante o teste mecânico, todas as amostras foram submetidas a ciclos térmicos concomitantes, com banho em água a 5° C por 30 segundos, escoamento da água em 15 segundos, banhos em água a 55°C por 30 segundos, escoamento da água em 15 segundos, formando um ciclo térmico. O número final de ciclos térmicos realizados foi de 2550 ciclos.

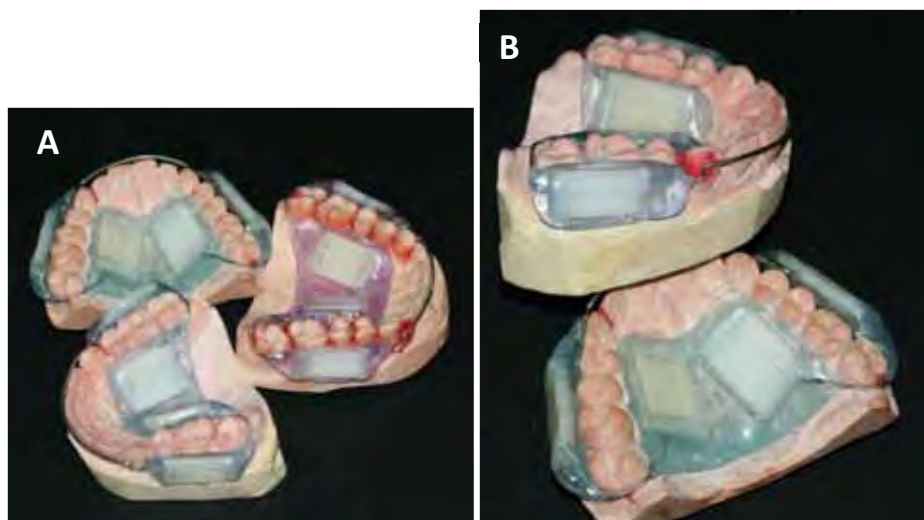
#### 4.2.5 Confecção do dispositivo bucal e fixação das amostras

Primeiramente foram selecionados dez voluntários, profissionais da área da saúde (cirurgiões dentistas), alunos do programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos - UNESP. Os voluntários deveriam apresentar boa saúde geral, adequado padrão de higiene bucal e não

utilizar antibióticos durante o período de uso do dispositivo. Os alunos foram informados sobre a pesquisa através do resumo do projeto, discussão de possíveis dúvidas e foram questionados sobre a vontade e disposição de participar da pesquisa. Em caso de resposta positiva foram selecionados como voluntários para o presente trabalho, assinando o termo de consentimento livre e esclarecido.

Para confecção dos dispositivos intra-buciais, os voluntários foram submetidos ao procedimento de moldagem dos arcos dentais, utilizando-se como material de moldagem o alginato. Após a moldagem foi obtido um modelo de gesso tipo IV, no qual foi confeccionado um dispositivo bucal personalizado de resina acrílica ativada quimicamente (JET- Clássico LTDA). O dispositivo consistiu de um arco de Hawley anterior, dois grampos de retenção de cada lado, e recobrimento parcial do palato. Na face vestibular dos dentes posteriores e na região do palato foi realizada uma cobertura de resina acrílica, com preparos para posicionamento dos corpos-de-prova. Estes preparos para encaixe das amostras foi realizado com o auxílio de um molde confeccionado com silicone de condensação, que foi posicionado na fase plástica da resina. Este molde tinha dimensões de aproximadamente 8 mm de largura, 2,3 mm de espessura e 16,5 mm de comprimento para a face vestibular, e 12 mm de largura, 2,3mm de espessura e 16,5 mm de comprimento na porção do palato. A face oclusal permaneceu descoberta para melhor conforto dos voluntários.

As barras de cerâmicas, submetidas ao tratamento de superfície e aplicação do cimento, foram posicionadas em um preparo na face vestibular e na região do palato do dispositivo, seguindo a seguinte disposição: 2 barras no lado direito, 2 barras no lado esquerdo e 6 barras no palato (Fig. 13A e 13B). Depois de posicionadas, uma pequena porção de resina acrílica foi aplicada nas extremidades das barras, assegurando sua fixação.



Figuras 13A e 13B – Dispositivos intra-buciais com corpos-de-prova posicionados.

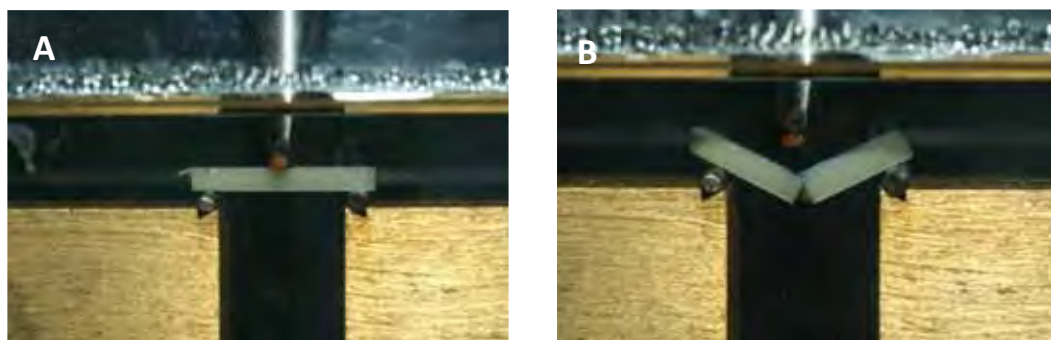
Os participantes usaram o dispositivo durante 30 dias, dia e noite, sendo removido apenas durante as refeições. Nenhuma restrição quanto à dieta foi necessária, e a higiene bucal foi realizada normalmente, inclusive no dispositivo e nas barras cerâmicas. Os voluntários receberam um kit com escova de dente e pasta para padronização destes itens.

#### 4.2.6 Ensaio mecânico

Para ensaio de resistência à flexão de três pontos, as barras foram posicionadas em um dispositivo metálico, sendo apoiada sobre dois cilindros (2mm de diâmetro) com distância entre os centros de 16mm. Somente as extremidades da amostra foram apoiadas, para que a região central recebesse a carga. A carga foi aplicada na superfície oposta a cimentação, por uma haste com ponta ativa de forma cilíndrica (2mm de diâmetro) acoplada a máquina de ensaios universal (EMIC DL

1000), sendo submetida à compressão (velocidade de 1mm/min, célula de carga de 50kgf) até a falha catastrófica (Della Bona et al., 2002).

Todo o ensaio mecânico foi realizado imerso em água destilada, a 37°C (Fig. 14A e 14B). Para isto, foi construído um recipiente de vidro que recebeu uma resistência elétrica e um termômetro, permitindo que o dispositivo para ensaio mecânico ficasse localizado no seu interior (Saavedra, 2008).



Figuras 14A e 14B – Amostra posicionada pra o teste de resistência à flexão 3 pontos.

#### 4.2.7 Análise em microscopia eletrônica de varredura

Após o ensaio mecânico uma amostra de cada subgrupo foi avaliada quanto à morfologia topográfica após os tempos de condicionamento, em Microscópio Eletrônico de Varredura (Fei Company- Modelo Inspect S50), com velocidade de aceleração de 20 kV e aumento de aproximadamente 5000X.

Esta análise ilustrou as características superficiais e morfológicas dos defeitos (fendas, poros e precipitados) ao final dos diferentes tempos de condicionamento.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Resultados dos ensaios mecânicos

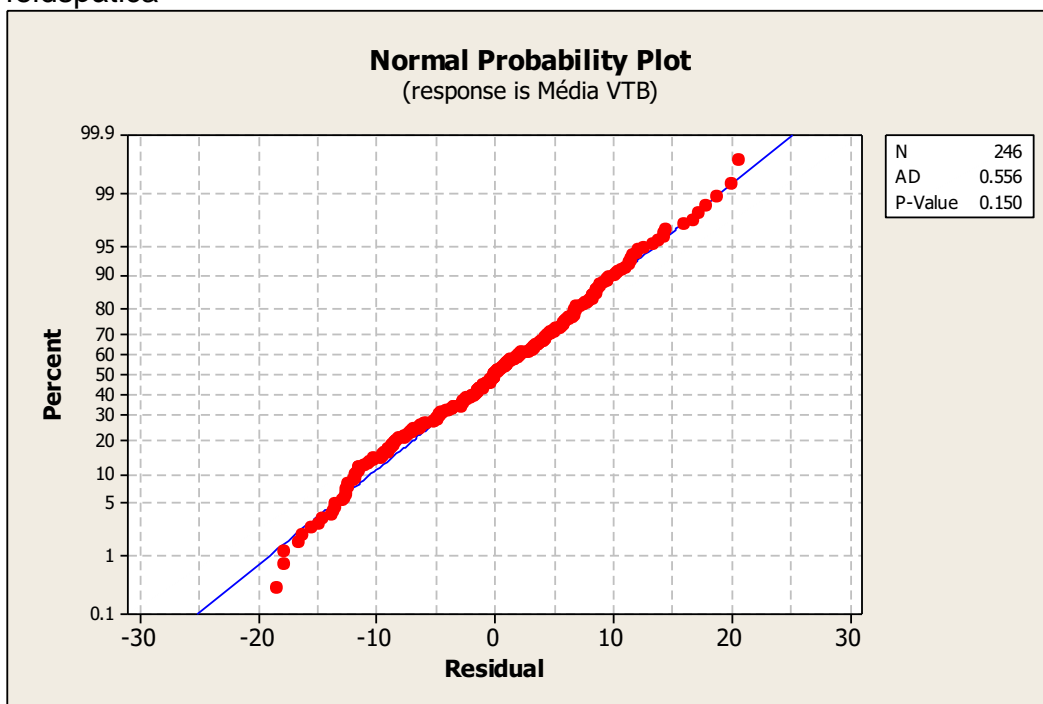
#### 5.1.1 Cerâmica Feldspática

Para análise dos resultados obtidos no ensaio mecânico de resistência à flexão, inicialmente os dados coletados em kgf foram convertidos em valores de Mpa. Após a conversão foram calculadas as médias e desvios padrões das tensões das cerâmicas Vitablock Mark II, em estatística descritiva (Tabela 1). A distribuição das médias está ilustrada na Figura 15.

Tabela 1 – Média e desvio padrão em Mpa dos grupos confeccionados com a cerâmica Vitablock Mark II

T	Controle	CM	CTM	CT	CIB
20s	109,10 (7,31)	98,51 (8,10)	95,74(10,25)	104,03 (7,69)	102, 81 (11,89)
30s	106,65 (5,84)	98,22 (7,96)	96,69 (7,54)	111.28 (4,83)	107,81 (10,36)
40s	108,13 (6,31)	103,63 (6,29)	98,80 (9,31)	97,64 (8,59)	113,30 (9,10)
60s	110,31 (8,09)	104,32 (8,00)	96,75 (7,39)	103,09(10,07)	94,83 (7,50)
90s	106,61(12,54)	112,35(10,10)	99,85 (8,40)	110,90 (9,01)	101,11 (6,97)

Figura 15 - Gráfico de normalidade de distribuição das médias para cerâmica feldspática



Os dados foram primeiramente submetidos ao teste de Dunnett, para comparação entre os grupos experimentais e o grupo controle. Pode-se observar que apenas os grupos submetidos à ciclagem termomecânica, condicionados por 40 e 60 segundos; o grupo submetido à ciclagem térmica condicionado por 40 segundos e o grupo submetido à ciclagem intra-bucal condicionado por 60 segundos forma diferentes estatisticamente do grupo controle. Os demais grupos não apresentaram diferença em relação ao grupo controle. Através da tabela 2, podemos verificar as médias e desvios padrão dos grupos.

Tabela 2 - Médias e desvios-padrão dos valores de resistência à flexão da cerâmica Vitablock Mark II, submetidos à teste de Dunnett para comparação entre grupos experimentais e grupo controle

T	Controle	CM	CTM	CT	CIB
20s	109,10 (7,31) A	98,51 (8,10) A	95,74 (10,25) A	104,03 (7,69) A	102,81 (11,89) A
30s	106,65 (5,84) A	98,22 (7,96) A	96,69 (7,54) A	111,28 (4,83) A	107,81 (10,36) A
40s	108,13 (6,31) A	103,63 (6,29) A	98,80 (9,31) B	97,64 (8,59) B	113,30 (9,10) A
60s	110,31 (8,09) A	104,32 (8,00) A	96,75 (7,15) B	103,09 (10,07) A	94,83 (7,50) B
90s	106,61(12,54) A	112,35(10,10) A	99,85 (8,40) A	110,90 (9,01) A	101,11 (6,97) A

Letras distintas indicam diferença estatística ao teste de Dunnett com intervalo de confiança de 95%.

Posteriormente os dados foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) a dois fatores, inteiramente ao acaso, com igual número de repetições, para detectar a existência de diferenças entre os critérios avaliados e interações, para a cerâmica Vitablock Mark II (Tabela 3).

Tabela 3 – Análise de variância referente às tensões de resistência à flexão da cerâmica Vitablock Mark II em relação ao envelhecimento e o tempo de condicionamento ácido

Fonte	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	P
<b>Envelhecimento</b>	4	2997,15	749,29	10,15	0.000*
<b>Tempo</b>	4	631,20	157,80	2,14	0.077 <sup>ns</sup>
<b>Envelhecimento x Tempo</b>	16	4040,04	252,50	3,42	0.000*
<b>Erro</b>	221	16313,99	73,82		
<b>Total</b>	245				

\* diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,00$ ). ns – não significativo ( $p \geq 0,05$ )

Com a realização da ANOVA comprovou-se a interação entre os fatores, e os dados foram submetidos ao teste de Tukey com intervalo de confiança de 95%.

Ao analisar a interação entre os diferentes tipos de envelhecimento, independente do tempo e condicionamento, pode-se notar que houve diferença estatística entre o grupo controle e os grupos de ciclagem

mecânica e de ciclagem termomecânica. Porém, o controle não foi diferente estatisticamente dos grupos submetidos à ciclagem térmica e ciclagem intra-bucal. Da mesma forma, o grupo submetido à ciclagem mecânica não foi diferente dos grupos de ciclagem térmica e intra-bucal. Os resultados obtidos pelo envelhecimento por ciclagem termomecânica foram menores em relação a todos os outros grupos.

Tabela 4 – Teste de Tukey para comparação da interação entre os diferentes tipos de envelhecimento e os diferentes tempos de condicionamento para a cerâmica Vitablock Mark II. Valores em Mpa

T	Controle	CM	CTM	CT	CIB
20s	109,10 ABCD	98,51 BCD	95,74 D	104,03 ABCD	102,81 ABCD
30s	106,65 ABCD	98,22 BCD	96,69 CD	111,28 ABC	107,81 ABCD
40s	108,13 ABCD	103,63 ABCD	98,80 BCD	97,64 CD	113,30 A
60s	110,31 ABC	104,32 ABCD	96,75 CD	103,09 ABCD	94,83 D
90s	106,61 ABCD	112,35 AB	99,85 ABCD	110,90 ABC	101,11 ABCD

Letras distintas indicam diferença estatística ao teste de Tukey com intervalo de confiança de 95%.

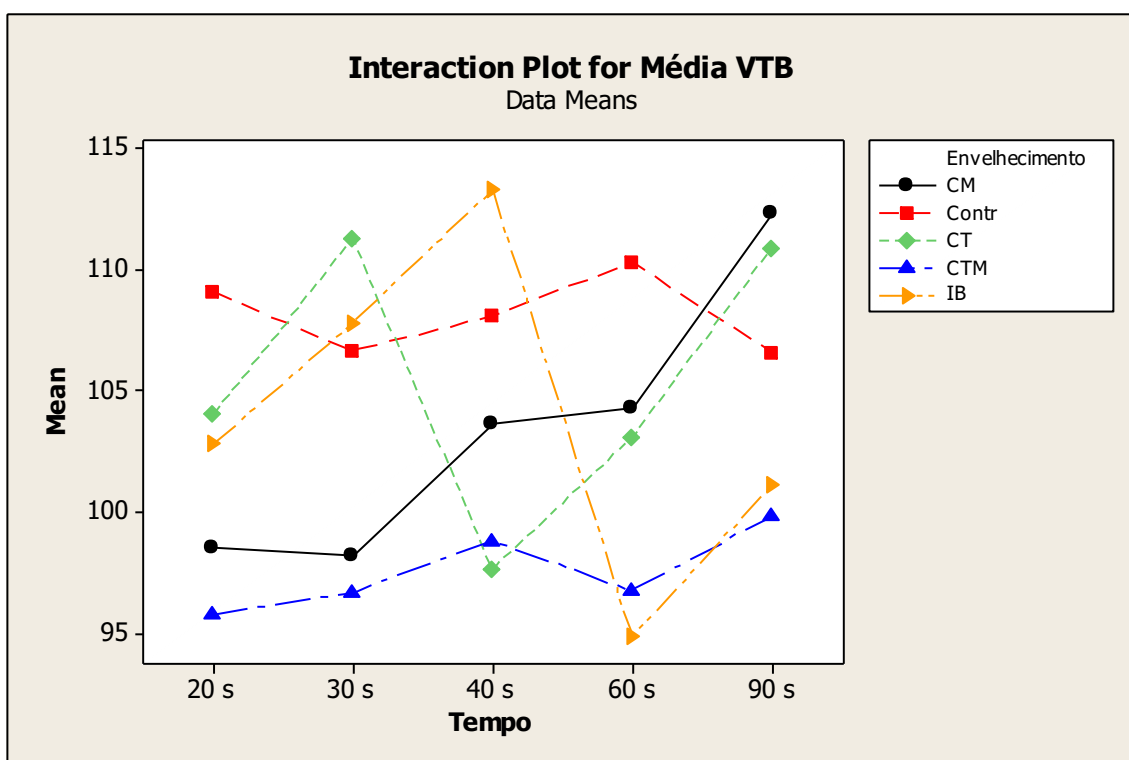
Quando a interação entre o envelhecimento e o tempo de condicionamento foi realizada pode-se perceber que tanto maior valor de resistência à flexão, quanto o menor valor, foram encontrados no grupo submetido à ciclagem intra-bucal (Tabela 4). O maior valor obtido foi do grupo condicionado por 40 segundos, que foi diferente estatisticamente apenas dos grupos condicionados por 20 e 30 segundos submetidos a ciclagem mecânica e termomecânica; dos condicionados por 40 segundos submetidos a ciclagem termomecânica e térmica e do grupo condicionado por 60 segundos submetido a ciclagem termomecânica.

O menor valor de resistência à flexão foi obtido pelo grupo condicionado por 60 segundos, submetido à ciclagem intra-bucal. Este resultado foi estatisticamente diferente do grupo condicionado a 60 segundos do grupo controle, que apresentou maior resultado em relação a este. Também apresentou diferença estatística com os grupos condicionados a 90 segundos,

submetidos a ciclagem mecânica e térmica e condicionado por 30 segundos submetido a ciclagem térmica.

Pode-se notar a maior diferença significativa foi encontrada entre os grupos condicionados por 40 e 60 segundos, ambos submetidos à ciclagem intra- bucal.

Figura 16 – Gráfico de interação entre o envelhecimento e o tempo de condicionamento para cerâmica feldspática



Através da figura 16, pode-se analisar que tanto o grupo controle quanto o grupo submetido a ciclagem termomecânica apresentaram valores mais homogêneos em relação ao tempo de condicionamento. No grupo submetido a CM, pode-se notar um aumento da resistência quando condicionado por 90 segundos. No grupo ciclado termicamente houve uma queda nos valores de resistência quando condicionados por 40 segundos, e no grupo intra-bucal uma queda quando condicionados por 60 segundos.

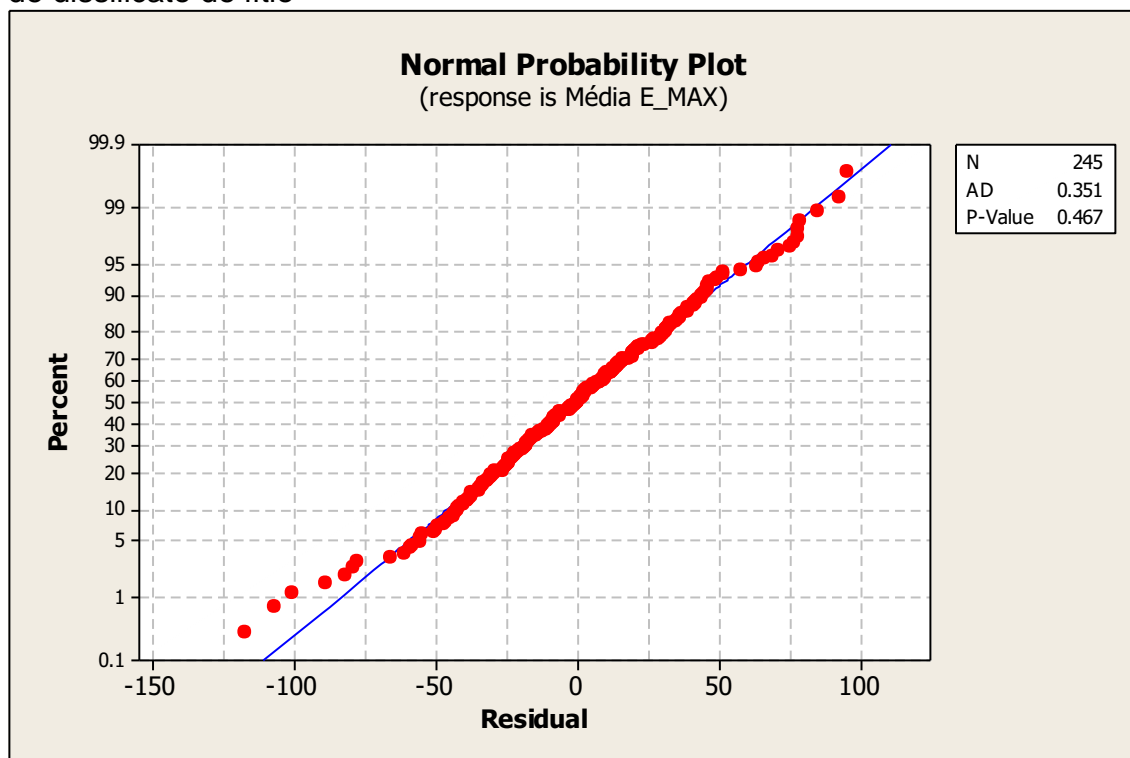
### 5.1.2 Cerâmica à Base de Dissilicato de Lítio

Para os grupos confeccionados com a cerâmica IPS e.max CAD, os dados obtidos foram submetidos a estatística descritiva e análise da distribuição das médias (Tabela 5, Figura 17).

Tabela 5 – Média e desvio padrão em Mpa dos grupos confeccionados com a cerâmica IPS e.max CAD

Tempo	Controle	CM	CTM	CT	CIB
20s	354,06 (30,98)	322,20 (40,40)	332,50 (57,30)	311,90 (38,30)	295,59 (28,05)
30s	289,40 (51,70)	321,20 (24,97)	346,45 (30,26)	298,51 (27,90)	274,60 (52,20)
40s	316,50 (61,70)	332,29 (18,54)	349,90 (52,60)	307,23 (26,59)	274,42 (31,21)
60s	307,46 (28,57)	316,30 (41,10)	333,70 (43,00)	331,26 (24,65)	291,51 (26,33)
90s	391,80 (25,55)	313,70 (40,30)	284,40 (36,60)	309,80 (10,64)	300,00 (16,51)

Figura 17 - Gráfico de normalidade de distribuição das médias para cerâmica de dissilicato de lítio



Quando o teste Dunnett foi aplicado para comparação dos grupos experimentais com o grupo controle para a cerâmica IPS e.max, pode-se observar que a ciclagem intra-bucal diminuiu os valores de resistência à flexão dos grupos condicionados por 20, 40 e 90 segundos. E os grupos submetidos aos diferentes protocolos de envelhecimentos condicionados por 90 segundos foram todos diferentes estatisticamente do grupo controle, que apresentou o maior valor entre eles. Os grupos condicionados por 60 segundos não apresentaram diferenças estatísticas em relação ao grupo controle (Tabela 6).

Tabela 6: Médias e desvios-padrão dos valores de resistência à flexão da cerâmica IPS e.max CAD, submetidos ao teste de Dunnett para comparação entre grupos experimentais e grupo controle

T	Controle	CM	CTM	CT	CIB
<b>20s</b>	354,06 (30,98) A	322,20 (40,40) A	332,50 (57,30) A	311,90 (38,30) A	295,59 (28,05) B
<b>30s</b>	289,40 (51,70) B	321,20 (24,97) B	346,45 (30,26) A	298,51 (27,90) B	274,60 (52,20) B
<b>40s</b>	316,50(61,70) A	332,29 (18,54) A	349,90 (52,60) A	307,23 (26,59) A	274,42 (31,21) B
<b>60s</b>	307,46 (28,57) A	316,30 (41,10) A	333,70 (43,00) A	331,26 (24,65) A	291,51 (26,33) A
<b>90s</b>	391,80 (25,55) A	313,70 (40,30) B	284,40 (36,60) B	309,80 (10,64) B	300,00 (16,51) B

Letras distintas indicam diferença estatística ao teste de Tukey com intervalo de confiança de 95%.

Os dados foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) a dois fatores, inteiramente ao acaso, com igual número de repetições, para detectar a existência de diferenças entre os critérios avaliados e interações, para a cerâmica IPS e.max CAD (Tabela 7).

Tabela 7 – Análise de variância referente às tensões de resistência à flexão da cerâmica IPS e.max CAD em relação ao envelhecimento e o tempo de condicionamento ácido

Fonte	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	P
<b>Envelhecimento</b>	4	63855	15964	11,24	0,000*
<b>Tempo</b>	4	8300	2975	1,46	0,215 <sup>ns</sup>
<b>Envelhecimento x Tempo</b>	16	96043	6003	4,22	0,000*
<b>Erro</b>	220	312575	1421		
<b>Total</b>	244				

\* diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,00$ )

ns – não significativo ( $p \geq 0,05$ )

Com a realização do tratamento estatístico ANOVA comprovou-se a interação entre os fatores, e os dados foram submetidos ao teste de Tukey, com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 8 – Teste de Tukey para comparação da interação entre os diferentes tipos de envelhecimento e os diferentes tempos de condicionamento da cerâmica IPS e.max CAD. Valores em Mpa

T	Controle	CM	CTM	CT	CIB
<b>20s</b>	354,10 AB	322,20 BCDE	332,50 ABCDE	311,90 BCDE	295,59 BCDE
<b>30s</b>	289,40 CDE	321,20 BCDE	346,45 ABCD	298,51 BCDE	274,60 E
<b>40s</b>	316,50 BCDE	332,29 ABCDE	349,90 ABC	307,23 BCDE	274,42 E
<b>60s</b>	307,46 BCDE	316,30 BCDE	333,70 ABCDE	331,26 ABCDE	291,51 CDE
<b>90s</b>	391,80 A	313,70 BCDE	284,40 DE	309,80 BCDE	300,00 BCDE

Letras distintas indicam diferença estatística ao teste de Tukey com intervalo de confiança de 95%.

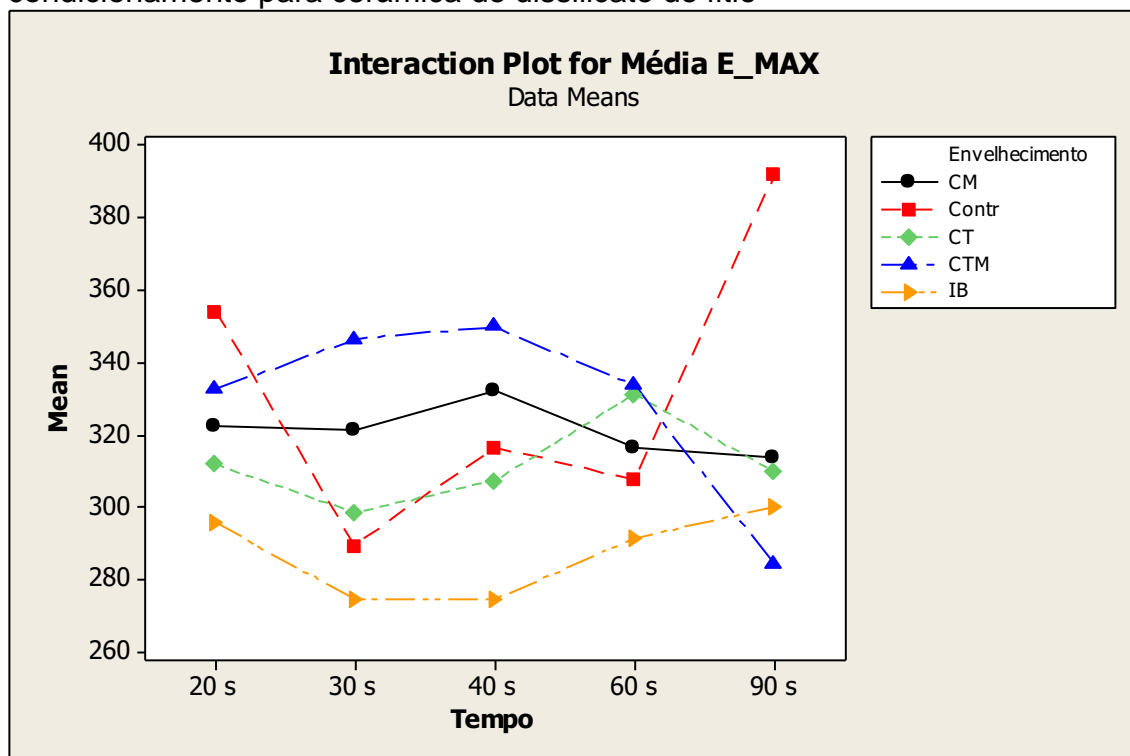
Ao analisar a interação entre o tipo de envelhecimento e o tempo de condicionamento (Tabela 8), pode-se observar que o maior valor de resistência à flexão foi obtido no grupo controle, condicionado por 90 segundos. Porém, este valor não foi estatisticamente diferente dos valores obtidos no

grupo controle quando ciclado por 20 segundos, nem do grupo submetido a ciclagem mecânica quando condicionado por 40 segundos; nem do grupo submetido a CTM quando condicionados pelos tempos de 20,30,40 e 60 segundos, tampouco do grupo submetido a ciclagem térmica condicionado por 60 segundos.

Os menores valores de resistência à flexão foram encontrado nos grupos submetidos a ciclagem intra-bucal, condicionados por 30 e 40 segundos. Estes valores apresentaram diferença significativa com os valores obtidos no grupo controle, condicionado a 20 e 90 segundos, e dos valores do grupo de CTM, condicionados por 30 e 40 segundos.

Pode-se notar que os maiores valores de resistência à flexão foram obtidos no grupo controle e os menores no grupo submetido ao envelhecimento *in situ*, ou seja, na ciclagem intra-bucal.

Figura 18 – Gráfico de interação entre o envelhecimento e o tempo de condicionamento para cerâmica de dissilicato de lítio



Através da figura 18, pode-se notar que houve uma queda nos valores de resistência à flexão no grupo submetido a CTM quando condicionado por 90 segundos. Em contrapartida, no grupo controle houve um aumento da resistência quando condicionada por este mesmo tempo de 90 segundos. Além disso, o gráfico demonstra os menores valores obtidos pelo grupo da ciclagem intra-bucal, distribuídos de forma homogênea em relação aos tempos de condicionamento.

## **5.2 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura**

Para avaliar superfície topográfica das barras cerâmicas após os diferentes tempos de condicionamentos, foi realizada a análise da superfície em Microscópio Eletrônico de Varredura (Fei Company- Modelo Inspect S50), com velocidade de aceleração de 20 kV e aumento de aproximadamente 5000X.

Ao analisar as fotomicrografias da cerâmica feldspática (Figura 19), pode-se notar que como sugerido pelos resultados estatísticos, não houve diferença significativa entre os diferentes tempos de condicionamento realizados nesta cerâmica. O condicionamento com ácido fluorídrico foi eficaz para remoção de grande parte da matriz vítrea da superfície, criando micro retenções que puderam ser preenchidas posteriormente pelo agente silano e cimento resinoso. Apesar disso, verifica-se nas imagens das barras condicionadas por 30, 40 e 60 segundos maior profundidade de desvitrificação, quando comparada com as barras condicionadas por 20 e 90 segundos. Essas imagens podem ser ainda complementadas pelos valores de rugosidade, que não apresentaram diferença estatística entre os diferentes tempos de condicionamento, como demonstrado na tabela 9

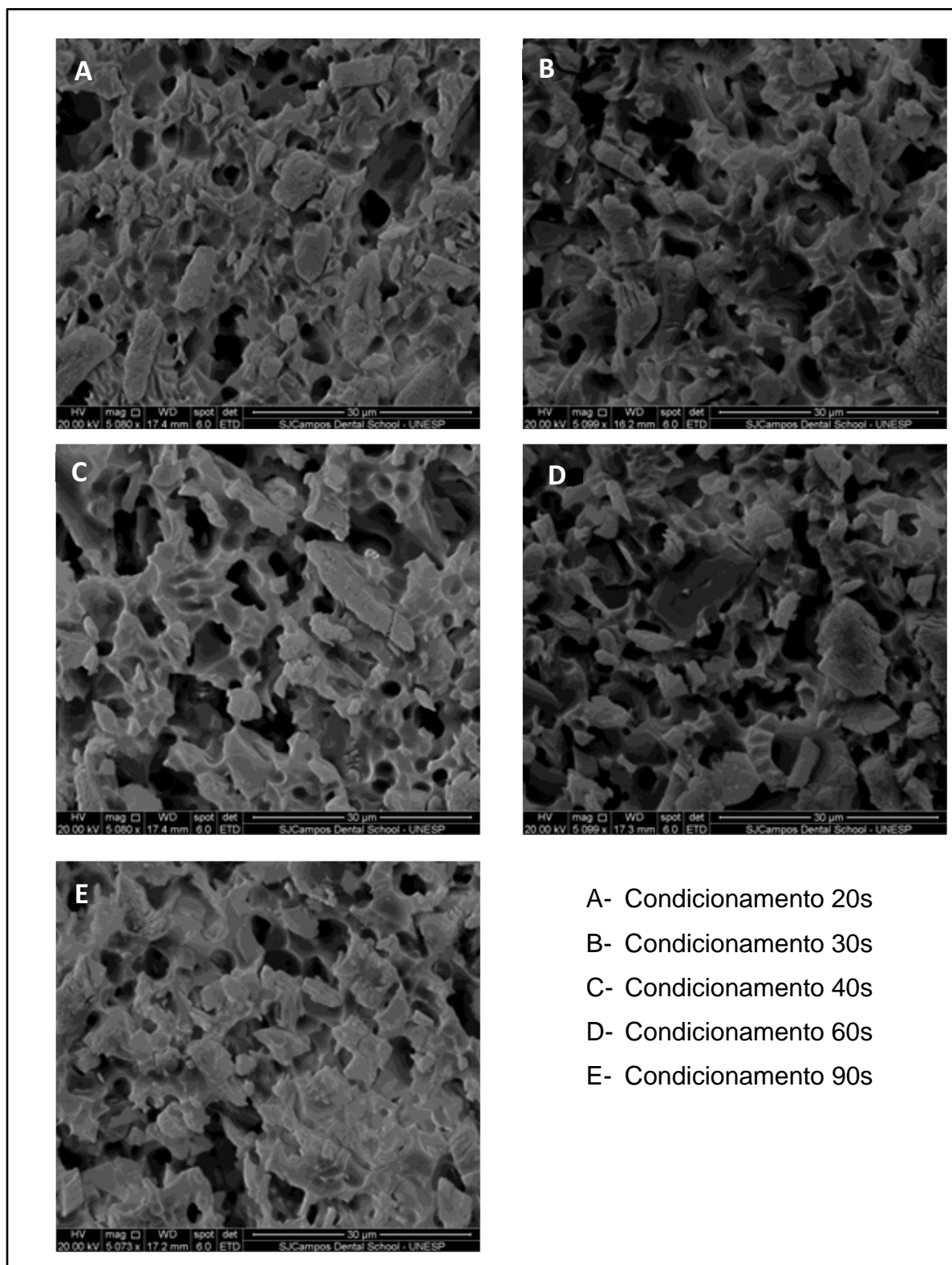


Figura 19 - Fotomicrografias das superfícies das barras de cerâmica feldspática, após os diferentes tempos de condicionamento.

Tabela 9 - Valores médios e desvio-padrão, em  $\mu\text{m}$ , da rugosidade superficial das cerâmicas feldspática submetidas a diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico

<b>Vitablock Mark II</b>	<b>Rugosidade Inicial Ra</b>		<b>Rugosidade Inicial Rz</b>		<b>Rugosidade Final Ra</b>		<b>Rugosidade Final Rz</b>	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
<b>20 s</b>	0,09	0,03	0,90	0,58	0,45	0,04	4,52	0,77
<b>30 s</b>	0,09	0,04	1,35	0,69	0,49	0,09	4,23	0,80
<b>40 s</b>	0,09	0,04	1,38	0,61	0,45	0,04	5,68	3,43
<b>60 s</b>	0,11	0,04	1,97	0,67	0,50	0,03	4,05	0,48
<b>90 s</b>	0,09	0,04	2,10	2,61	0,69	0,05	6,40	1,60

Quando as superfícies das barras da cerâmica de dissilicato de lítio foram analisadas, pode-se notar que, por apresentar uma microestrutura muito mais cristalina do que a cerâmica feldspática, o condicionamento com ácido fluorídrico promove uma superfície pouco rugosa. Observa-se que mesmo sendo realizado o mesmo aumento das imagens obtidas com a cerâmica feldspática, a cerâmica de dissilicato de lítio teve pouca alteração da morfologia topográfica em relação a todos os tempos de condicionamento utilizados. Pode-se notar que mesmo sem apresentar diferenças significantes, nas barras condicionadas por 30, 40 e 60 segundos há a presença de poros um pouco mais definidos, não apresentando diferenças em profundidade. Ao analisar os valores de rugosidade dessa mesma superfície (Tabela 10), vemos que os valores de rugosidade superficial inicial e final não demonstraram diferenças estatísticas, principalmente quando compara-se com a diferença existente entre as rugosidades inicial e final das cerâmicas feldspáticas.

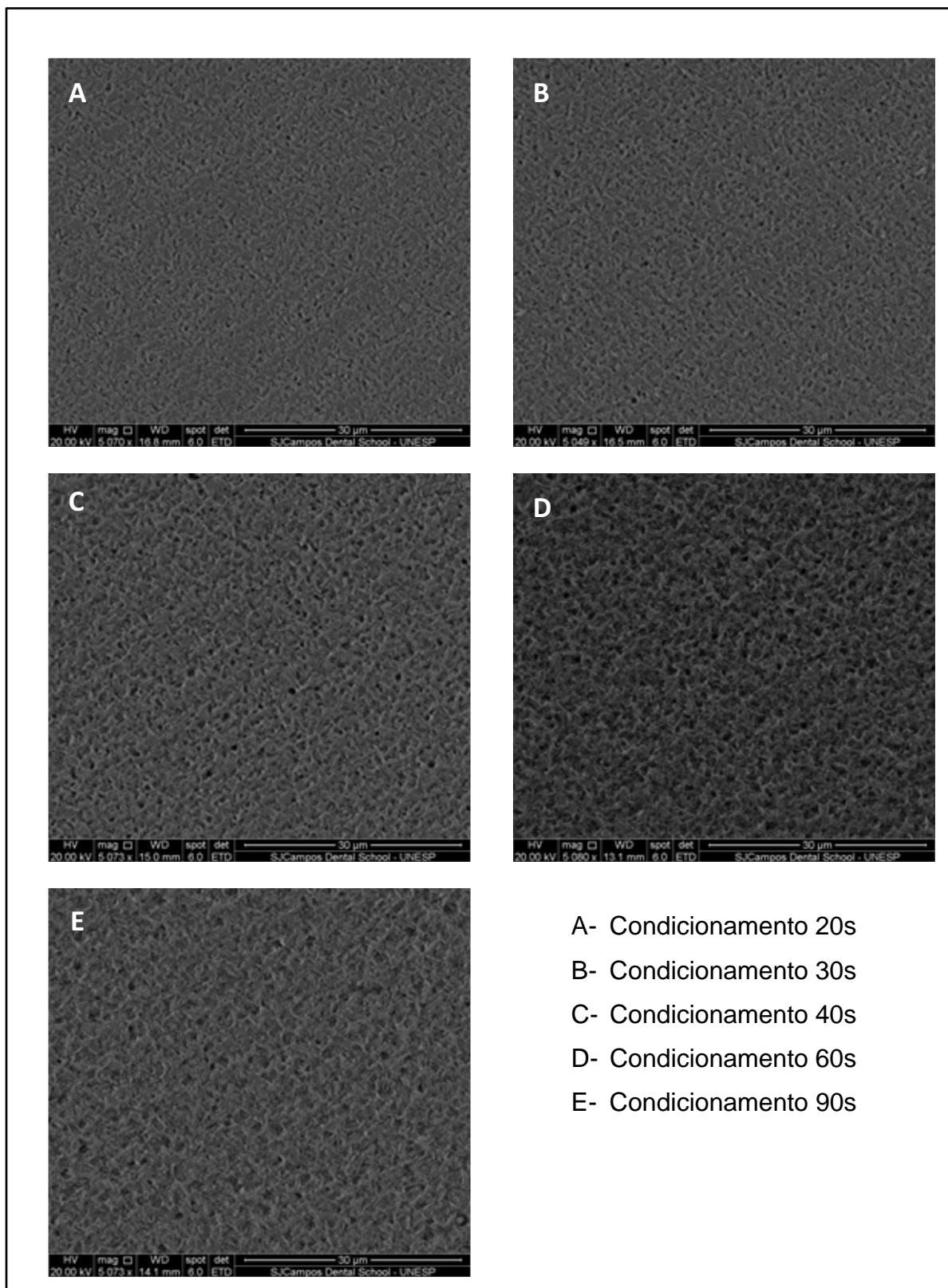


Figura 20 - Fotomicrografias das superfícies das barras de cerâmica de dissilicato de lítio, após os diferentes tempos de condicionamento.

Tabela 10 - Valores médios e desvio-padrão, em  $\mu\text{m}$ , da rugosidade superficial das cerâmicas de dissilicato de lítio submetidas a diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico

<b>IPS .max CAD/LT</b>	<b>Rugosidade Inicial Ra</b>		<b>Rugosidade Inicial Rz</b>		<b>Rugosidade Final Ra</b>		<b>Rugosidade Final Rz</b>	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
<b>20 s</b>	0,11	0,06	1,22	0,68	0,15	0,05	1,43	0,72
<b>30 s</b>	0,08	0,05	1,45	1,66	0,12	0,07	1,55	0,82
<b>40 s</b>	0,11	0,05	2,47	1,77	0,10	0,06	1,38	0,64
<b>60 s</b>	0,10	0,06	1,00	0,40	0,19	0,12	2,38	2,97
<b>90 s</b>	0,07	0,06	0,83	0,37	0,14	0,06	1,35	0,49

## 6 DISCUSSÃO

O uso das cerâmicas odontológicas cresce a cada dia, principalmente devido suas propriedades mecânicas e óticas, mimetizando com excelência os dentes naturais. As cerâmicas odontológicas do sistema CAD/CAM são consideradas confiáveis, pois apresentam uma estrutura densamente compacta e não dependem tanto do fator operador para sua manipulação (Tinschert et al., 2000). A diversidade de aplicação destas cerâmicas, bem como pelas suas excelentes propriedades mecânicas, fazem com que este tipo de cerâmica seja muito utilizado e estudado para comprovar seu sucesso clinicamente (Christensen, 2001).

A confiabilidade, as propriedades mecânicas e indicações para o uso destas cerâmicas serviram de parâmetros para selecioná-las neste estudo. No entanto, o sucesso de uma restauração cerâmica depende não apenas da observação destes fatores como também da adequada união com a estrutura dental remanescente. Esta união ocorre com o condicionamento ácido da superfície cerâmica, silanização e aplicação de cimento resinoso.

O condicionamento com ácido fluorídrico é indicado para melhorar a resistência de união, porém poucos trabalhos relatam o seu efeito nas propriedades mecânicas das cerâmicas (Hooshmand, 2008). Essa indicação foi realizada com base na literatura industrial, que mostrava efeito de reforço do ataque ácido em vidro pela remoção de defeitos na superfície, reduzindo assim a concentração de tensões e aumento geral da resistência (Proctor, 1962). No entanto, isso pode não se aplicar aos sistemas cerâmicos constituídos de multicomponentes de vidro, formado por uma ou mais fases cristalinas, tais como os utilizados

em odontologia, pois uma diminuição da resistência para algumas cerâmicas dentárias pelo tratamento de superfície com condicionamento ácido tem sido encontrados (Addison et al., 2007; Hooshmand et al., 2008; Saavedra, 2008; Zogheib et al., 2011).

O tempo de condicionamento das cerâmicas é bem controverso na literatura, mas estudos demonstram que ao aumentar o tempo de exposição ao ácido durante o condicionamento, os poros e os sulcos tornam-se mais evidentes e maiores, podendo prejudicar o processo de adesão entre os sistemas adesivos e as cerâmicas e enfraquecer a estrutura do material, segundo Chen et al., 1998; Canay et al., 2001; Della Bona, Anusavice, 2002; Della Bona et al., 2000; Saraçoglu et al., 2004; Leite, 2005; Saavedra, 2008; Zogheib et al., 2011).

O presente estudo demonstrou que para a cerâmica feldspática não houve uma diminuição na resistência à flexão em todos os tempos de condicionamento realizados. Estes resultados podem estar relacionados ao fato de que após o condicionamento, as barras receberam uma camada de silano, seguida da aplicação de cimento resinoso. O agente silano melhorou o molhamento da superfície e penetrou nas irregularidades e poros formados pelo ataque ácido, tornando-a mais resistente (Söderholm, Reetz, 1996; Saavedra, 2008).

Para cerâmica de dissilicato de lítio, o tempo de exposição de 30, 40 e 60 segundos, promoveu uma redução nos valores de resistência a flexão. Este fato pode ser explicado pela ação química do ácido fluorídrico, que reage preferencialmente com a sílica presente na microestrutura da cerâmica formando hexafluorsilicatos e tornando a superfície da cerâmica porosa e irregular (Ozcan, Vallittu, 2003). A presença dos poros e fendas na superfície pode ser responsável pelo enfraquecimento da estrutura do material, pela concentração de tensões.

Além disso, nestes casos, a penetração do agente silano pode não ter sido eficaz para preencher as irregularidades criadas.

Zogheib e colaboradores em 2011, também notaram um enfraquecimento da cerâmica de dissilicato de lítio com o tempo de condicionamento, mesmo com a concentração de 5% do ácido fluorídrico. Porém, sugeriram que um tempo maior que 60 segundos produziria uma superfície rugosa adequada para união. Chen e colaboradores em 1998, por sua vez, indicaram o tempo de 30 segundos como o mais eficaz para criar uma superfície adequada na cerâmica feldspática. Para Saraçoglu e colaboradores (2004) o condicionamento com ácido fluorídrico promoveu os maiores valores de resistência de união que os outros métodos e os valores de resistência de união foram diretamente proporcionais a um aumento de tamanho e profundidade dos poros. O condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 40 segundos obteve os maiores valores de resistência de união em comparação aos outros métodos e as outras concentrações e tempos de condicionamento ácido. No entanto, as controvérsias com respeito ao tempo de exposição ao ácido, e as diferentes concentrações deste, dificulta a comparação direta entre os estudos.

O tempo de condicionamento recomendado pelo fabricante da cerâmica feldspática é de 60 segundos, e da cerâmica à base de dissilicato de lítio é de 20 segundos. Através dos resultados deste estudo observou-se que em ambos os casos houve diferença estatística entre o grupo controle e o grupo submetido à ciclagem intra-bucal.

As propriedades mecânicas das cerâmicas podem ser avaliadas através dos testes de resistência à flexão. Entre os testes de flexão podemos citar o teste de flexão biaxial, 3-pontos e 4-pontos. A principal vantagem do teste de flexão biaxial, em que um disco tem carga aplicada sobre seu centro, é a reduzida probabilidade de falhas causadas

por defeitos nas bordas (Anusavice et al., 2005). Neste teste, os defeitos nas bordas, que provavelmente levam à falhas prematuras, têm menor influência. No teste de flexão de 3-pontos, uma força central é aplicada, enquanto no ensaio de flexão de 4-pontos a tensão aplicada por dois pontos superiores e dois pontos inferiores. A diferença nos resultados de flexão dos diferentes tipos de testes pode ser explicada pelo seguinte: a resistência à flexão obtida por meio do teste de 4-pontos é geralmente menor porque a probabilidade de se encontrar uma trinca na superfície entre os dois *rollers* de carga é maior do que na área limitada por apenas um *roller* no teste de flexão de 3-pontos. O teste de resistência à flexão 3-pontos foi utilizado neste estudo, pois segundo Jin e colaboradores, em 2004, não há diferença significativa entre os testes e seus resultados são correlacionados.

Pela análise realizada no MEV, pode-se observar que o tratamento da superfície com ácido fluorídrico na cerâmica feldspática produziu um padrão de condicionamento esperado, com a presença de porosidades, sulcos, fendas e precipitados, o que corrobora com Chen et al., 1998; Della Bona et al., 2000; Canay et al., 2001; Della Bona, Anusavice, 2002; Della Bona et al., 2002, favorecendo a penetração do agente de união. Porém, este padrão não foi encontrado na cerâmica a base de dissilicato de lítio, que apresentou poucas rugosidades superficiais, com formação de porosidades muito pequenas em tamanho e profundidade, em praticamente todos os tempos de condicionamentos utilizados. O mesmo padrão topográfico foi encontrado em outros estudos (Hooshmand et al., 2008; Zogheib et al., 2011).

Pode-se observar também que o grupo condicionado por 90 segundos apresentou irregularidades mais amplas e rasas, o que possibilitou melhor penetração do agente silano e cimento resinoso na cerâmica feldspática. Este fato pode explicar a ausência de diferença

significante entre todos os grupos testados para este tempo de condicionamento.

Através das imagens também podemos observar que há grande quantidade de precipitados na superfície. Estes precipitados poderiam atrapalhar a resistência de união destas cerâmicas, no entanto, em relação à resistência mecânica estes precipitados não influenciam (Saavedra, 2010). Dessa forma, não foi realizado nenhum procedimento pós condicionamento antes da aplicação do cimento resinoso.

Muitos fatores podem influenciar a resistência definitiva dos materiais cerâmicos, incluindo dimensão dos espécimes, ambiente do teste, procedimento de polimento, taxa da área de tensão do espécime submetido às cargas e método dos testes (Albakry et al., 2003).

Com relação aos protocolos de envelhecimento, existem poucos trabalhos na literatura que abordem a resistência intrínseca das cerâmicas com o passar do tempo. Os protocolos de envelhecimento criam um ambiente desfavorável para avaliar o comportamento da cerâmica. Neste estudo, o envelhecimento que mais afetou as cerâmicas feldspática foi a ciclagem termomecânica, talvez por submeter às amostras a cargas constantes de aproximadamente 50N, enquanto eram realizados ciclos térmicos. Por apresentar grande quantidade de matriz vítrea, pode-se dizer que a resistência das cerâmicas feldspática foi diminuída, principalmente quando condicionada por 40 e 60 segundos, sendo provavelmente mais fácil a propagação de trincas para uma falha catastrófica.

Ainda existem poucos estudos que utilizam a ciclagem termomecânica, porém Komine e colaboradores em 2004 utilizaram para avaliar a resistência à fratura de coroas posteriores cimentadas com diferentes cimentos resinosos. Concluíram que a resistência à fratura foi

menor nas coroas que sofreram envelhecimento, comparada as que não foram submetidas a este tratamento.

Por outro lado, o protocolo de envelhecimento que mais afetou as cerâmicas à base de dissilicato de lítio foi à ciclagem intra-bucal. Sabe-se que a resistência mecânica das cerâmicas a base de dissilicato de lítio são excelentes, podendo até mesmo ser usadas como subestruturas em próteses livres de metal (Wiedhahn, 2007). Talvez por esta causa as ciclagens mecânicas e termomecânica não tenham influenciado sua resistência. Na ciclagem intra-bucal, talvez a alteração de diferentes pHs bucal, adicionado a adesão de biofilme e mudanças de temperatura, possam ter interagido com alguns defeito intrínseco ou alguma fenda criada pelo condicionamento ácido, não preenchida pelo agente silano, e dessa forma diminuir a resistência à flexão facilitando a propagação da fratura.

A presença do biofilme bem como a influência de enzimas salivares sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas são pouco conhecidas, havendo desta forma a necessidade de estudá-las. Estudos futuros avaliando a quantidade de biofilme formado, bem como a influência dos diferentes pHs sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas devem ser realizados, afim de responder a causa da diminuição da resistência quando expostas ao meio bucal.

Diversos estudos demonstram que a longevidade clínica das cerâmicas está comprovada. O condicionamento com ácido fluorídrico é bastante utilizado para melhorar a resistência de união, porém de acordo com este estudo, no meio intra-bucal este tipo de tratamento de superfície pode gerar uma redução da resistência mecânica com o passar do tempo. Por esta razão, uma atenção especial à aplicação do agente silano e uso de cimentos resinosos deve ser realizada, para que resultem em reforço para a estrutura da cerâmica condicionada. Através deste estudo observa-

se que o tempo de condicionamento não resultou em diferenças estatisticamente significantes, justificado pelo fato da utilização dos agentes de união, que penetraram adequadamente nas irregularidades superficiais resultantes da ação do ácido fluorídrico.

## **7 CONCLUSÃO**

Pode-se concluir que o tempo de condicionamento não influenciou a cerâmica feldspática, porém, o condicionamento por 30, 40 e 60s na cerâmica e.max foi prejudicial à resistência à flexão. A ciclagem intra-bucal reduziu a resistência à flexão da cerâmica de dissilicato de lítio quando condicionada por 20, 40 e 90 segundos.

## REFERÊNCIAS\*

1. Adamczyk E, Spiechowicz E. Plaque accumulation on crowns made of various materials. *Int J Prosthodont*. 1990 May-Jun;3(3):285-91.
2. Addison O, Fleming GJ. The influence of cement lute, thermocycling and surface preparation on the strength of a porcelain laminate veneering material. *Dent Mater*. 2004 Mar;20(3):286-92.
3. Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater*. 2007 Apr;23(4):461-8.
4. Albakry M, Guazzato M, Swain MV: Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. *J Prosthet Dent* 2003;89(4):374-380
5. Amaral FLB, Colucci V, Palma-Dibb RG, Corona SAM. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *J Esthet Restor Dent*. 2007;19(6):340-354.
6. Anusavice KJP. *Materiais Dentários*, 11<sup>o</sup> ed. Rio de Janeiro: Guanabara, Koogan; 2005.

---

\* Baseado em: ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Rio de Janeiro. Informação e documentação: referências, elaboração, NBR6023. Rio de Janeiro, 2002. 23p.

7. Auschill TM, Arweiler NB, Brex M, Reich E, Sculean A, Netuschil L. The effect of dental restorative materials on dental biofilm. *Eur J Oral Sci.* 2002 Feb.;110(1):48-53.
8. Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent.* 2008; 99(2):123-30.
9. Behr M, Rosentritt M, Latzel D, Kreisler T. Comparison of three types of fiber-reinforced composite molar crowns on their fracture resistance and marginal adaptation. *J of Dent* 2001;29(3):187-96.
10. Behr M, Rosentritt M, Latzel D, Handel G. Fracture resistance of fiber-reinforced vs. non-fiber-reinforced composite molar crowns. *Clin Oral Invest.* 2003;7(3):135–39.
11. Borges GA, Sophr AM, De Góes MF, Correr-Sobrinho L, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(5):479-88.
12. Bottino MA. *Estética em reabilitação oral metal free.* São Paulo: Artes Médicas;2001.
13. Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001 Jan;28(1):95-101.
14. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari. Influence of different surface treatment on surface zirconia frameworks. *J Dent.* 2009;37(11):891-7.

15. Castellani D, Bechelli C, Tiscione E, Lo Nostro A, Pierleoni PP. In vivo plaque formation on cast ceramic (Dicor) and conventional ceramic. *Int J Prosthodont.* 1996 Sep-Oct; 9(5):459-65.
16. Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. *J Prosthet Dent.* 2008;100:194-202.
17. Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent.* 1998 Jan;26(1):53-8.
18. Christensen GJ. Computerized restorative dentistry. State of the art. *J Am Dent Assoc.* 2001 Sep;132(9):1301-3.
19. Craig RG. *Materiais Dentários Restauradores*, 11<sup>a</sup> ed: São Paulo: Santos; 2004.
20. De Goes M. Cimentos resinosos. In: Baratieri LN, Chain M. *Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores*. São Paulo: Artes Médicas; 1998, Cap. 12, p.169-76.
21. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002; 15:159–67.
22. Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JAA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont.* 2002;15(3):248–53.

23. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003;19(7):662–69.
24. Della Bona A, Mecholsky JJ, Anusavice KJ. Fracture behavior of lithia disilicate- and leucite-based ceramics. *Dent Mater* 2004;20(10):956–62.
25. Dong XD, Darvell BW. Stress distribution and failure mode of dental ceramic structures under Hertzian indentation. *Dent Mater* 2003; 19(6):542–51.
26. Esquivel-Upshaw JF, Young H, Jones J, Yang M, Anusavice KJ. Four-year clinical performance of a lithia disilicate–based core ceramic for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2008;21(2):155-60.
27. Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two year report. *J Am Dent Assoc*. 2010;141Suppl 2:105-45.
28. Fischer J, Zbären C, Stawarczyk B, Hämmerle CHF. The effect of thermal cycling on metal–ceramic bond strength. *J Dent* 2009; 37(7):549-53.
29. Fúcio SBP, Carvalho FG, Correr Sobrinho L, Sinhorette MAC, Puppim-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials—an in vitro study. *J Dent*. 2008;36(10):833-9.

30. Furukawa K, Norimichi I, Junji T. The effects of luting resin bond to dentin on the strength of dentin supported by indirect resin composite. *Dent Mater.* 2002;18(2):136-42.
31. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27(2):89–99.
32. Giordano R, Materials for chairside CAD/CAM – produced restorations. *J Am Dent Assoc.* 2006; 137Suppl:14S-21S.
33. Guerra CMF, Neves CAF, Almeida ECB, Valones MAA, Guimarães RP. Estágio atual das cerâmicas odontológicas. *Int J Dent Recife.* 2007;6(3):90-95.
34. Hahnel S, Rosentritt M, Handel G, Bürgers R. Influence of saliva substitute films on initial *Streptococcus mutans* adhesion to enamel and dental substrata. *J Dent.* 2008;36(12):977-83
35. Hahnel S, Rosentritt M, Handel G, Bürgers R. Surface characterization of dental ceramics and initial streptococcal adhesion in vitro. *Dent Mater.* 2009;25(8):969-75.
36. Hannig M. Transmission electron microscopy of early plaque formation on dental materials in vivo. *Eur J Oral Sci.* 1999 Feb.; 107(1):55-64.
37. Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength to two hot-pressed glass ceramics. *J Prosthodont.* 2008;17(5):415-9.

38. Itinoche MK, Oyafuso DK, Miyashita E, Araújo MAJ, Bottino MA. Avaliação da influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas. *Cienc Odontol Bras.* 2004 Abr./Jun.;7(2):47-54.
39. Ivoclar Vivadent ©2009, Inc. IPS e.max is a registered trademark of Ivoclar Vivadent, Inc. 627329 Rev. 0 2/2009.
40. Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J.* 2004;23(4):490-6.
41. Kamada K, Yoshida K, Atsuta M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. *J Prosthet Dent.* 1998 May; 79(5):508-13.
42. Kantorski KZ, Scotti R, Valandro LF, Bottino MA, Koga-Ito CY, Jorge AO. Adherence of *Streptococcus mutans* to uncoated and saliva-coated glass –ceramics and composites. *Gen Dent.* 2008; 56 (7):740-7.
43. Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont* 1990;3(5):430 - 40.
44. Kiyari VH, Saraceni CHC, Silveira BL, Aranha ACC, Eduardo CP. The influence of internal surface treatment on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent.* 2007;32(5):457-65.
45. Klossa K, Wolfart S, Lehmann F, Wenz HJ, Kern M. The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures

- on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Adhes Dent.* 2009;11(2):127-35.
46. Komine F. et al. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent.* 2004;92(4):359-64.
  47. Kukiattrakoon B, Thammasitboon K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. *J Prosthet Dent.* 2007;98(1):17-23.
  48. Lehmann F, Eickemeyer G, Rammelsberg P. Fracture resistance of metal-free composite crowns– Effects of fiber reinforcement, thermal cycling, and cementation technique. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(3):258-64.
  49. Leite FPP. Efeito do tempo do condicionamento e da limpeza em ultrassom do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso. [tese] São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista – UNESP; 2005.
  50. Liu PR, Essig ME. A Panorama of Dental CAD/CAM Restorative Systems. *Compend Contin Educ Dent .* 2008;29(8):482-93.
  51. Meier R, Hauser-Gerspach I, Lüthy H, Meyer J. Adhesion of oral streptococci to all-ceramics dental restorative materials in vitro. *J Mater Sci:Mater Méd.* 2008;19(10):3249-53.

52. Miyazaki T, Hotta Y, Kunii J, Kuriyama S, Tamaki Y. A review of dental CAD/CAM: current status and future perspectives from 20 years of experience. *Dent Mater J.* 2009;28(1):44-56.
53. Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. *Int J Prosthodont.* 1994 Nov-Dec;7(6):549-53.
54. Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *J Oral Rehabil.* 2005;32(8):598-605.
55. Otto T, Schneider D. Long-term clinical results of chairside cerec CAD/CAM inlays and onlays: a case series. *Int J Prosthodont.* 2008;21(1):53-59.
56. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19(8):725-31.
57. Oyafuso DK, Ozcan M, Bottino MA, Itinoche MK. Influence of thermal and mechanical cycling on the flexural strength of ceramics with titanium or gold alloy frameworks. *Dent Mater.* 2008;24(3):351-56.
58. Pallesen U, van Dijken JWV. An 8-year evaluation of sintered ceramic and glass ceramic inlays processed by the Cerec CAD/CAM system. *Eur J Oral Sci.* 2000;108(3):239-46.

59. Panah FG, Rezai SMM, Ahmadian L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. *J Prosthodontol*. 2008;17:409–14.
60. Pereira, SMB. Efeito da escovação associada à dentifício branqueador na degradação superficial e formação de biofilme em materiais cerâmicos [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2007.
61. Proctor B: The effects of hydrofluoric acid etching on the strength of glasses. *Phy Chem Glasses* 1962;3:7-27
62. Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic- lithium disilicate. *J Esthet Restor Dent*. 2010 Oct; 22(5):332-41.
63. Rosentritt M, Siavikis G, Behr M, Kolbeck C, Handel G. Approach for valuating the significance of laboratory simulation. *J Dent*. 2008; 36(12):1048-53.
64. Rosentritt M, Behr M, Thaller C, Rudolph H, Feilzer A. Fracture performance of computer-aided manufacture zirconia and alloy crowns. *Quintessence Int*. 2009;40:655-62.
65. Saavedra GSFA, Efeito da neutralização do ácido fluorídrico, limpeza sônica dos precipitados e da cimentação sobre a resistência à flexão de uma cerâmica vítrea. [tese] São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista – UNESP; 2008.

66. Saraçoğlu A, Cura C, Cöter HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. *J Oral Rehabil.* 2004 Aug;31(8):790-7.
67. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent. Mater. J.* 2008;27(3):408-14.
68. Shiu P, Souza-Zaroni WC, Eduardo CP, Youssef MN. Effect of feldspathic ceramic surface treatments on bond strength to resin cement. *Photomedicine and Laser Surgery.* 2007;25(4):291-96.
69. Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent.* 2005;17: 224-35.
70. Söderholm KJ, Reetz EA. Factors affecting reliability of a resin based cement joint. *Gen Dent.* 1996 Jul-Aug;44(4):296-8, 300, 302.
71. Souza ROA. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria. [tese] São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista – UNESP; 2009.
72. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res.* 1987;66(7):1460-5.

73. Stappert CFJ, Chitmongkolsuk S, Silva NRFA, Att W, Strub JR. Effect of mouth-motion fatigue and thermal cycling on the marginal accuracy of partial coverage restorations made of various dental materials. *Dent Mater.* 2008; 24(9):1248-57.
74. Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent.* 2000 Sep;28(7):529-35.
75. Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *J Dent Res* 1994;73(12):1824-32.
76. Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent.* 2005 Mar;93(3):253-9.
77. Van Noort, R. *Introdução aos materiais dentários.* 2º ed. São Paulo: Artmed. 2004.
78. Vásquez VZ, Ozcan M, Kimpara ET. Evaluation of interface characterization and adhesion of glass ceramics to commercially pure titanium and gold alloy after thermal- and mechanical-loading. *Dent Mater.* 2009 Feb;25(2):221-31. Epub 2008 Aug 20.
79. Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. *J Prosthet Dent.* 1993;70(3):224-33.

80. Wiedhahn K, From blue to white: New high-strength material for Cerec – IPS e.max CAD LT. *Int J Comput Dent.* 2007;10(1):79-91.
81. Wolf DM, Powers JM, O'Keefe KL. Bond strength of composite to etched and sandblasted porcelain. *Am J Dent.* 1993 Jun; 6(3):155-8.
82. Wolfart S, Eschbach S, Scherrer S, Kern M. Clinical outcome of three-unit lithium-disilicate glass–ceramic fixed dental prostheses: Up to 8 years results. *Dent Mater.* 2009; 25(9):e63-e71.
83. Zogheib LV, Della Bona A, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J* 2011;22(1):45-50.

**APÊNDICE A – Termo de consentimento livre e esclarecido**

Caro(a) Senhor(a)

Eu, Vanessa Cruz Macedo, aluna do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, especialidade Prótese Dentária, portador do CPF 306.046.788-94, vou realizar uma pesquisa cujo título é: “Efeito de diferentes tempos de condicionamento e condições de armazenagem na resistência à flexão de cerâmicas ácido sensíveis”.

O objetivo desta pesquisa é avaliar, a resistência da cerâmica após ser submetida a diferentes tempos de condicionamento ácido, e ser exposta a diferentes protocolos de envelhecimento: ciclagem térmica, ciclagem mecânica, ciclagem termo/mecânica e ciclagem intra-bucal. Por meio desse estudo *in situ*, será avaliado se formação de biofilme sobre materiais cerâmicos diminui sua resistência à flexão. No entanto, torna-se necessário a utilização de um dispositivo bucal removível em resina onde serão fixadas as amostras dos materiais a serem pesquisados. Para isso, precisamos realizar uma moldagem da arcada superior para que possamos confeccionar o dispositivo removível específico para sua arcada. Este aparelho deverá ser usado por um período de 30 dias, durante o dia e a noite, sendo removido apenas durante as refeições. A higiene bucal deverá ser realizada normalmente, inclusive no dispositivo, e seu uso não trará nenhum prejuízo a sua saúde em qualquer momento. Todos os voluntários receberão profilaxia profissional, controle de placa e aplicação de flúor.

O Sr.(a) tem a garantia de acesso, em qualquer etapa do estudo, sobre qualquer esclarecimento de eventuais dúvidas e sobre o andamento do trabalho, que terá a supervisão do Professor Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara. Se tiver alguma consideração ou dúvida sobre a ética da pesquisa, entre em contato com o Comitê de Ética (CEP) da

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos-UNESP, situada na Av. Engº Francisco José Longo, 777 – CEP 12245000, em São José dos Campos- SP, fone 012-3947-9076, Janete Dias Almeida ou Carlos Guedes e-mail: [janete@fosjc.unesp.br](mailto:janete@fosjc.unesp.br) ou [guedes@fosjc.unesp.br](mailto:guedes@fosjc.unesp.br).

Informo que será garantida a liberdade da retirada do consentimento a qualquer momento e assim deixar de participar do estudo. Também não haverá custo nem pagamento pela Colaboração.

#### Termo de Consentimento Livre e Esclarecido

Acredito ter sido esclarecido(a) a respeito das informações que leram para mim, descrevendo o estudo a ser realizado e concordo em participar sabendo quais os propósitos do estudo, os procedimentos a serem realizados, as garantias de confidencialidade e de esclarecimentos permanentes, e que minha participação não implicará em nenhuma despesa. Concordo em participar voluntariamente deste estudo e poderei retirar o meu consentimento a qualquer momento, antes ou durante o mesmo, sem penalidade, prejuízo ou perda de qualquer benefício que possa ter adquirido.

NOME/RESPONSÁVEL: \_\_\_\_\_

RG \_\_\_\_\_ CPF \_\_\_\_\_

Endereço completo:- \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Assinatura do Voluntário

\_\_\_\_\_  
Assinatura do Pesquisador

**ANEXO A – Parecer de aprovação do projeto de pesquisa pelo Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo seres humanos da FOSJC/UNESP**

  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA**  
Av. Eng. Francisco José Longo, 777 – Jd. São Dimas  
CEP 12201-970 – F. (12) 3947-9028  
Fax (12) 3947-9010 / janete@fosjo.unesp.br

---



**CERTIFICADO**  
**Comitê de Ética em Pesquisa**  
**Com Seres Humanos**

---

**CERTIFICAMOS**, que o protocolo nº **023/2010-PH/CEP**, sobre **“Efeito de diferentes tempos de condicionamento e condições de armazenagem na resistência à flexão de cerâmicas ácido sensíveis”**, sob a responsabilidade de **VANESSA CRUZ MACEDO**, tendo como orientador o Prof. Adjunto **ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA**, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e Normas regulamentadoras de pesquisa, envolvendo seres humanos, conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado por este Comitê de Ética em Pesquisa.

São José dos Campos, 11 de maio de 2010.

---

**Profa. Adjunto JANETE DIAS ALMEIDA**  
**Coordenadora**