



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Araçatuba

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARAÇATUBA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS ODONTOLÓGICOS E PRÓTESE



JULIANA LUJAN BRUNETTO

**Efeito de diferentes tratamentos de superfície
sobre a resistência de união de cerâmicas
odontológicas**

Araçatuba/SP
2020

JULIANA LUJAN BRUNETTO

Efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência de união de cerâmicas odontológicas

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araçatuba da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho - UNESP, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia com área de concentração em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Aldiéris Alves Pesqueira

**Araçatuba/SP
2020**

Catálogo na Publicação (CIP)
Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

Brunetto, Juliana Lujan.
B895e Efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a
resistência de união de cerâmicas odontológicas / Juliana
Lujan Brunetto. - Araçatuba, 2020
86 f. : 10 il. ; 2 tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia, Araçatuba
Orientador: Prof. Aldiéris Alves Pesqueira

1. Prótese parcial fixa 2. Cerâmicas odontológicas 3. Ci
mentação 4. Projeto auxiliado por computador 5. Cimentos
dentários I. T.

Black D3
CDD 617.6

Claudio Hideo Matsumoto CRB-8/5550



Dedicatória

DEDICATÓRIA

À vida, com o pensamento de poder me reinventar diariamente, enfrentar desafios e almejar vencê-los;

Às centenas de pesquisadores que publicaram seus conhecimentos, ao respeito e perseverança exercidos durante sua realização;

À valorização da ciência, que me fez crescer e expandir meus conhecimentos durante estes anos;

À Deus, por sempre me proteger e me guiar nas horas mais difíceis;

À minha avó Maria Eugenia (in memorian), que sempre incentivou a seguir meus sonhos;

E à minha família pela compreensão, apoio e incentivos diários.



Agradecimento

AGRADECIMENTO

À Faculdade de Odontologia de Araçatuba (FOA) – UNESP, na pessoa do diretor Prof Tit. Wilson Roberto Poi e, hoje, do diretor Prof. Tit. Glauco Issamu Miyaharapela, pela oportunidade de realização do curso de Mestrado.

Ao Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” Prof. Associado André Luiz Fraga Brizo, seu vice-coordenador e também chefe do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Prof. Associado Wirley Gonçalves Assunção e seus membros, pela competência e afinho na condução da nossa pós-graduação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da Bolsa de Mestrado durante todo o primeiro ano do curso (Código de Financiamento 001). Meus sinceros agradecimentos por promover o apoio financeiro.

Ao meu orientador, Prof. Ass. Dr. Aldiéris Alves Pesqueira, primeiramente pela confiança em mim depositada. Obrigada por me aconselhar e por sempre alegrar o departamento e nossas vidas, por sempre estar de portas abertas pra me receber e por despender parte do seu tempo a mim. Pelo exemplo de ética, empatia, honestidade, competência e tranquilidade. Agradeço também por todos os ensinamentos compartilhados de forma admirável, e por me guiar nos primeiros passos da pós-graduação, com paciência, carinho e dedicação, com os quais me conduziu neste momento impar em minha vida... Muito obrigada por tudo!

Aos professores que compõem a banca de avaliação, Prof. Ass. Dr. Valentim Adelino Ricardo Barão e ao Prof. Ass. Dr. Leonardo Perez Faverani, por colaborarem e dedicarem seu tempo a examinarem esse trabalho. Obrigada por aceitarem o convite, pela oportunidade de aprender e por serem exemplos de caráter e dedicação à pesquisa odontológica.

Aos Professores do Depto. de Materiais Odontológicos e Prótese e do Depto. de Cirurgia e Clínica Integrada da FOA-UNESP por me acolherem

com amizade e carinho. Especialmente aos professores Marcelo Coelho Goiato, Eduardo Piza Pellizzer, Daniela Micheline dos Santos, Paulo Henrique do Santos, Karina Helga Turcio de Carvalho, Aimée Maria Guiotti, Francisley Ávila Souza, Leonardo Perez Faverani, Ana Paula Farnezzzi Bassi, Alessandra Marcondes Aranega e Juliano Milanezi de Almeida, vocês fizeram os meus dias mais felizes! Gostaria de agradecer pessoalmente cada um de vocês por tudo o que fizeram por mim... Disponibilizaram seus equipamentos, me ajudaram física e emocionalmente, muitas vezes me acolheram em suas salas e/ou casas, me respeitaram e sempre estiveram prontos nos momentos em que precisei, tornando meus dias muito mais leves. Muito obrigada, os levarei sempre comigo!

Ao meu colega de pós-graduação, amigo, psicólogo, psiquiatra e, muitas vezes, meu ombro, Paulo Augusto Penitente. Obrigada pelas horas despendidas à mim, pelos conselhos, terapias (em grupo ou não), por sempre me ouvir e me aconselhar da melhor forma, por me fazer entender que, às vezes, "a vida é assim mesmo". Muito obrigada meu amigo! Ter você por perto foi essencial para que eu conseguisse seguir em frente.

Ao doutorando Marcio Campaner, pelo companheirismo diário, risadas inacabáveis, ajuda, ensinamentos, amizade e simpatia. A "Juliane" sempre estará aqui para te ajudar no que preciso for... Muito obrigada!

À Caroline Freitas Jorge e Sandro Basso Bitencourt, obrigada pela parceria, ajuda e convívio desses anos.

Aos amigos de pós-graduação João Pedro Justino de Oliveira Limírio e Jéssica Marcela de Luna Gomes, nos aproximamos mais no final dessa etapa, mas saibam que sempre terão um pedacinho do meu coração. Obrigada por sempre estarem dispostos a ajudar, a alegrarem e reduzirem nossa tensão diária, pelos almoços, cafés da tarde, jantas, quitutes, idas aos shoppings e centro, pelo acolhimento, amizade e companheirismo, vocês (juntamente ao meu orientador) se tornaram minha família em Araçatuba. Muito obrigada por tudo, de coração!

À Lurian, Isabela, João Paulo, Lucas, Cleber Davi, Fernanda, Emily, Ana Teresa, Henrico, Cecília e Ariane, muito obrigada pelo dia-a-dia, ajuda, risadas e conversas.

À Mariana Vilela, pela amizade, simpatia e acolhimento. Assim como ao Cleidiel Aparecido Araujo Lemos e Betina Chiarelo Commar. Muito obrigada por tudo!

Aos amigos pertencentes a outros departamentos: Lara, Luara, Henrique Hadad, Henrique Rinaldi, Jadison e Raquel por estarem comigo nos “corres” e “perrengues” da vida. Vocês são o presente que Araçatuba me proporcionou! Obrigada por abrirem meus olhos, acalmarem minha alma e distraírem minha mente, por todos os momentos felizes compartilhados e também pelo apoio nos momentos difíceis. Amo vocês!

Aos ex-alunos de graduação Luy, Gabriela, Mayra, Marielise e Gabriel Scheicher por toda ajuda, eficiência, preocupação e proatividade prestadas durante e após o congresso da FOA-UNESP. Vocês facilitaram e alegraram nossos dias intensos.

Agradeço, ainda, a confiança, a disciplina, a amizade, as risadas, o apoio e o carinho de todos os alunos de iniciação científica que fazem ou fizeram parte do nosso grupo de pesquisa. À Adriane, Amanda, Beatriz, Beatryce, Gabriel, Júlia, Leandro, Letícia, Mateus, Roberta e Thiago. E também as alunas Nayla e Luísa, orientadas respectivamente pelas professoras Daniela e Karina.

Aos funcionários Marco, Magda, Dalete, Eduardo, Jander, Carlão, Lilian, Valéria, Cristiane, Ana Claudia e Claudio. Agradeço profundamente o incentivo, auxílio, amparo, a consideração, dedicação e por serem sempre tão solícitos.

Aos demais funcionários da FOA-UNESP que, de uma forma ou de outra, auxiliaram para a realização desse trabalho, meus sinceros agradecimentos.

Aos professores Thais Yumi Umeda Suzuki, Aline Satie Takamiya e Joel Ferreira Santiago Junior. Obrigada por compartilharem seus

conhecimentos com cordialidade e informalidade, vocês são exemplos de força e serenidade.

Ao professor Rodrigo Antônio Medeiros, pelo fornecimento das cerâmicas Feldspática e de Silicato de Lítio reforçado por Zircônia. Meus sinceros agradecimentos, sem você essa pesquisa não seria possível!

Aos meus amigos e mentores da vida, Augusto César e Renato Ferreira pelas oportunidades, respeito, confiança, brandura e generosidade. Muito obrigada por tudo e sempre, espero que saibam o quanto sou grata e o quanto aprendo com vocês! Que a nossa amizade e parceria perdure por muitos e muitos anos!

À Bruna Trofino Garcia e ao Daniel Kohl Gregghi, essas amizades sempre estiveram presentes em quase todos os momentos de minha vida e não poderia ser diferente agora. Obrigada por tudo, tenham certeza que as cultivarei para sempre. Amo vocês!

Ao Lucas Daniel Barile e sua família, por sempre me acolherem com tanto carinho ao longo desses anos. Muito obrigada!

À Deus, por sempre colocar pessoas maravilhosas em minha vida, fazendo com que, em meus dias, sempre tenha algo bom, mesmo que nem todos os dias sejam completamente bons.

Aos meus pais, Rose e Francisco, e minha irmã, Mariana, sempre presentes em minha vida com total dedicação, espero que saibam o quanto amo vocês... mesmo discordando de algumas escolhas minhas. Obrigada por estarem dispostos a enfrentar qualquer coisa pela minha felicidade, por me auxiliarem, por sempre incentivarem o conhecimento e a alcançar meus objetivos, com educação, honestidade, dignidade e humildade. Sei que esses anos foram conturbados e cheios de surpresas, mas saibam que os amo e admiro a força de vocês, vocês foram fundamentais para a concretização deste ciclo.

À todos que, ao longo destes anos, fizeram parte do meu dia a dia, e com um sorriso, tornaram-se memoráveis! Obrigada!



Epígrafe

*"Uma das lições com as quais eu cresci
foi a de sempre permanecer verdadeiro
consigo mesmo e nunca deixar que as
palavras de alguém o distraiam dos seus
objetivos."*

-Michelle LaVaughn Robinson Obama



Resumo

BRUNETTO, JL. **Efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência de união de cerâmicas odontológicas.** 2020. 93f. Dissertação (Mestrado)-Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2020.

RESUMO

Os objetivos deste estudo foram caracterizar a superfície das cerâmicas para sistema CAD/CAM (F-Feldspática, S-Silicato de lítio reforçado por zircônia e Z-Zircônia de média translucidez) após diferentes pré-condicionamentos de superfície para cimentação aplicados separadamente ou combinados; e avaliar a resistência de união por microtração (RU_M) e padrões de fratura (P_F) entre as cerâmicas (F, S e Z) após pré-condicionamentos de superfície e o cimento resinoso. Foram confeccionados 150 blocos $5 \times 5 \times 2 (\pm 0,5)$ mm para análise topográfica ($n=10$) e 240 blocos $(5 \times 5 \times 6 (\pm 0,5))$ mm ($n=8$) para análise da resistência de união, divididos em 05 grupos de acordo com tipo de cerâmica, pré-condicionamento de superfície e testes realizados: (A_F) condicionamento com ácido fluorídrico 10%; (A_F+P_C) condicionamento de com ácido fluorídrico 10% + aplicação de primer cerâmico universal (Monobond N); (P_A) aplicação de primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); (J_T+P_A) jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2 (CoJet™) + aplicação de primer cerâmico autocondicionante de passo único e (J_T+P_C) jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2 (CoJet™) + aplicação de P_C . As análises topográficas foram realizadas após os diferentes pré-condicionamentos. A RU_M e padrão de fratura foram realizadas após 24 horas de armazenagem em água ou após termociclagem. Para as análises topográficas, foi realizado a análise de variância (ANOVA - dois fatores) seguido pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Para o teste de RU_M a estatística foi realizada pela análise de variância (ANOVA para medidas repetidas) sob três fatores e teste de Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Os pré-condicionamentos de superfície que usaram a combinação com jateamento apresentaram maiores valores de Ra. A ELS das cerâmicas foi influenciada pelos pré-condicionamentos, aonde J_T+P_C

apresentou os maiores valores em F e Z. A KHN alterada apenas na cerâmica Z, com um aumento significativo ($p < 0,05$) após jateamentos ($J_T + P_C$ e $J_T + P_A$). Para cerâmica F, os grupos tratados com jateamento e primers ($J_T + P_C$ e $J_T + P_A$) apresentaram valores de RU_M superiores aos demais tratamentos. Para cerâmica à base de S com exceção do tratamento com AF isolado, que mostrou baixo valor de RU_M , todos os outros pré-condicionamentos apresentaram altos valores de RU_M , sem diferença significativa entre eles ($p > 0,05$). Para Z de média translucidez não houve diferença significativa entre os tratamentos $J_T + P_C$ e $J_T + P_A$ que obtiveram os maiores valores de RU_M . A termociclagem reduziu os valores de RU_M , com exceção da cerâmica de S condicionada com $J_T + P_C$. Quanto ao padrão de fratura, pode-se observar que em todos os grupos houve predominância de falhas adesivas (superior a 70%), independente da termociclagem. Conclui-se que os pré-condicionamentos influenciaram na topografia estrutural e na RU_M de todas as cerâmicas. O *primer* cerâmico autocondicionante de passo único (P_A) pode ser uma alternativa viável ao uso de Ácido fluorídrico 10% + *primer* cerâmico universal ($A_F + P_C$) na cerâmica feldspática (F) e, ao jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2 + *primer* cerâmico universal ($J_T + P_C$) na cerâmica silicato de lítio reforçado por zircônia (S) e na zircônia de média translucidez (Z).

Palavras-chave: Cerâmica. Projeto Auxiliado por Computador. Cimentação.



Abstract

BRUNETTO, JL. **Effect on the bond strength of different dental ceramics surface treatments.** 2020. 93f. Dissertação (Mestrado)-Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2020.

ABSTRACT

The objectives of this study were to characterize the ceramics surface for CAD / CAM system after different surface preconditions for cementation applied separately or combined; and to evaluate the microtensile bond strength (RU_M) and fracture patterns (P_F) between the ceramics (F, S and Z) after surface preconditioning and the resin cement after aging. 150 5x5x2 (± 0.5) mm blocks were made for characterization analysis ($n = 10$) and 240 blocks ($5 \times 5 \times 6 (\pm 0.5)$ mm) ($n = 8$) for bond strength analysis, divided in 05 groups according to type of ceramic, surface preconditioning and tests performed: (AF) conditioning with 10% hydrofluoric acid; ($A_F + P_C$) conditioning with 10% hydrofluoric acid + application of universal ceramic primer (Monobond N); (PA) application of single-step self-etching ceramic primer (Monobond Etch & Prime); ($J_T + P_A$) blasting with SiO₂-coated Al₂O₃ (CoJet™) + application of single-step self-etching ceramic primer and ($J_T + P_C$) blasting with Al₂O₃ coated with SiO₂ (CoJet™) + P_C application. The surface characterization analyzes were performed after the different preconditionings. The RUM and fracture pattern were performed after 24 hours of storage in water or after thermocycling. For topographic analysis, ANOVA (two factors) was performed followed by the Tukey test ($\alpha = 0.05$). For the RUM test, statistics were performed by analysis of variance (ANOVA for repeated measures) under three factors and Bonferroni test ($\alpha = 0.05$). The surface preconditions that used the combination with blasting showed higher values of Ra. The ELS of ceramics was influenced by the preconditionings, where JT + PC presented the highest values in F and Z. The altered KHN feathers in ceramic Z, with a significant increase ($p < 0.05$) after blasting ($JT + PC$ and $JT + PA$). For ceramics F, the groups $J_T + P_C$ and $J_T + P_A$ showed RUM values higher than the other treatments. For S with the

exception of treatment with isolated A_F , which showed a low RU_M value, all other preconditions were found to have high RU_M values, with no significant difference between them ($p > 0.05$). For Z, there was no significant difference between the treatments $J_T + P_C$ and $J_T + P_A$ that obtained the highest RU_M values. Thermocycling reduced the values, with the exception of S ceramics conditioned with $J_T + P_C$. Regarding the fracture pattern, it can be observed that in all groups there was a predominance of adhesive failures (over 70%), regardless of thermocycling. It is concluded that the pre-conditioning influenced the structural characterization and the RU_M of all ceramics. The single-step self-etching ceramic primer (P_A) can be a viable alternative to the use of 10% hydrofluoric acid + universal ceramic primer ($A_F + P_C$) in feldspar ceramic (F) and, when blasting with Al_2O_3 coated with SiO_2 + universal ceramic primer ($J_T + P_C$) in zirconia-reinforced lithium silicate ceramics (S) and medium translucency zirconia (Z).

Keywords: Ceramics. Computer-Aided Design. Cimentation.



Listas

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Fluxograma contendo a distribuição, número dos blocos, análises e tempos realizados.	34
Figura 2 - Fluxograma dos materiais e análise.	41
Figura 3 - Esquema de análise do ângulo de contato para Energia Livre de Superfície (ELS).....	43
Figura 4 - Análises de falha de união.....	46
Figura 5 - Média (DP) da rugosidade superficial (μm) das cerâmicas após pré-condicionamentos.	51
Figura 6 - Média (DP) da energia livre de superfície (mJ/m^2) das cerâmicas após pré-condicionamentos.	53
Figura 7 - Média (DP) da microdureza (KHN) das cerâmicas após pré-condicionamentos.	55
Figura 8 - Média (DP) da resistência de união por microtração (Mpa) das cerâmicas após armazenagem sem (T1) e com termociclagem (T2).	57
Figura 9 - Distribuição percentual (%) dos padrões de fratura para cada grupo, após armazenagem em água por 24 horas (T1)..	58
Figura 10 - Distribuição percentual (%) dos padrões de fratura para cada grupo, após termociclagem de 10.000 ciclos (T2).	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Composição dos materiais que foram utilizados neste estudo.....	35
Tabela 2 - Composição dos materiais que foram utilizados neste estudo.....	36

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μL	Microlitros
μm	Micrometro
$\text{\AA}$	Angström
A_F	Condicionamento com ácido fluorídrico 10%
A_F+P_C	Condicionamento de com ácido fluorídrico 10% + aplicação de primer cerâmico universal (Monobond N)
Al_2O_3	Óxido de alumínio
CAD/CAM	<i>computer-aided design / computer-aided manufacturing</i>
CCD	<i>charge-coupled device</i>
DP	Desvio padrão
ELS	Energia livre de superfície
F	Feldspática
H	Hipótese
HK	Penetrador Knoop
ISO	Organização Internacional de Normatização
J_T+P_A	Jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2 (CoJet™) + aplicação de <i>primer</i> cerâmico autocondicionante de passo único
J_T+P_C	Jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2 (CoJet™) + aplicação de <i>primer</i> cerâmico universal
KHN	Microdureza Knoop
lv	Líquido-vapor
m^2	Metros quadrados
mJ	Megajoules
MPa	Mega Pascal
N	Newton
nm	Nanometros
°C	Graus Célsius

P _A	<i>Primer</i> cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime)
P _C	<i>Primer</i> cerâmico universal (Monobond N)
P _F	Padrões de fratura
R _a	Rugosidade superficial
R _C	Resina composta
R _{U_M}	Resistência de união por microtração
S	Silicato de lítio reforçado por zircônia
s	Segundos
SiO ₂	Dióxido de silício
sl	Sólido-líquido
sv	Sólido-vapor
T ₁	Tempo de envelhecimento após 24 horas de armazenagem em água
T ₂	Tempo de envelhecimento após termociclagem de 10.000 ciclos de 5-55°C
Z	Zircônia de média translucidez



Sumário

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	27
2	OBJETIVOS	31
3	MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1	Design experimental	33
3.2	Formação dos grupos	33
3.4	Confecção dos espécimes	37
3.4.1	Preparo dos blocos	37
3.4.2	Pré-condicionamentos de Superfície	38
3.4.2.1	A_F	38
3.4.2.2	A_F+P_C	38
3.4.2.3	P_A	38
3.4.2.4	J_T+P_A	39
3.4.2.5	J_T+P_C	39
3.4.3	Procedimento de cimentação e secção dos palitos	39
3.5	Variáveis de resposta	42
3.5.1	Rugosidade Superficial (Ra)	42
3.5.2	Energia livre de superfície (ELS)	42
3.5.3	Microdureza Knoop (KHN)	43
3.5.4	Resistencia de união por microtração (RU_M)	44
3.5.5	Análise dos padrões de fratura (P_F)	44
3.6	Envelhecimento	47
3.6.1	Armazenagem em água	47
3.6.2	Termociclagem (T2)	47
3.7	Análise dos dados	47
3.7.1	Métodos estatísticos	47
4	RESULTADOS	50
4.1	Rugosidade superficial (Ra)	50
4.2	Energia livre de superfície (ELS)	52

4.3 Microdureza Knoop (KHN)	54
4.4 Resistência de união por microtração (RU_M)	56
5 DISCUSSÃO	61
6 CONCLUSÕES	71
REFERÊNCIAS	74
ANEXO	86



Introdução

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, com o avanço da tecnologia CAD/CAM (*computer-aided design / computer-aided manufacturing*) e diante da melhoria da qualidade dos materiais cerâmicos¹, as restaurações indiretas podem ser facilmente confeccionadas em consultório, promovendo próteses com estética favorável, de alta resistência à flexão e à fratura, além de apresentarem formato, contorno e adaptação marginal favoráveis. E reduzir o tempo do tratamento de maneira significativa²⁻⁵.

As cerâmicas vítreas para o sistema CAD/CAM têm sido indicadas para confecção de restaurações minimamente invasivas e o crescente aumento no uso dessas cerâmicas deve-se as suas boas propriedades mecânicas e excelente estética^{3,4,6}. Para tal, possuem grande quantidade de matriz vítrea em sua composição, resultando em maior friabilidade e baixa resistência à tração^{7,8}. Visando a obtenção de cerâmicas estéticas e com melhores propriedades mecânicas, foram desenvolvidas as novas cerâmicas vítreas reforçadas com zircônia. Dentre as disponíveis no mercado, a cerâmica à base de silicato de lítio reforçado por óxido de zircônio é a mais promissora, prometendo unir as principais vantagens das duas cerâmicas⁹⁻¹¹. Isto significa, que apresenta translucidez próxima dos dentes naturais, com resultados altamente estéticos. Ainda, possui resistência flexural 4 vezes maior que as cerâmicas vítreas convencionais¹². Outra alternativa para substituir as cerâmicas vítreas convencionais é a zircônia translúcida, essa permite resultado altamente estético com resistência mecânica suficiente para reabilitar dentes anteriores e posteriores^{13,14}.

Independentemente do tipo de cerâmica utilizado para confecção das próteses, a capacidade de adesão entre a restauração cerâmica e o agente cimentante tem enorme importância na taxa de sucesso¹⁵⁻¹⁷. Constantemente novas cerâmicas, cimentos resinosos e primers são introduzidos na Odontologia Restauradora, com intuito de reduzir e simplificar protocolos de cimentação, além de melhorar a qualidade e durabilidade da reabilitação oral. Diante disso, o Cirurgião-dentista precisa

entender que cada cerâmica exige protocolo de pré-condicionamento de superfície e cimentação específico¹⁸⁻²⁰. Diversos estudos²¹⁻²⁸ investigaram os principais pré-condicionamentos de superfície disponíveis para melhorar a adesão cerâmica/cimento tais como: tratamentos mecânicos como o jateamento de Al_2O_3 ou laser; tratamentos químicos com ácido fluorídrico, bifluoreto de amônio, flúor fosfato acidulado, agentes de união ou deposição de plasma de argônio. Além de tratamentos mecânico-químicos onde se utiliza jateamento de Al_2O_3 revestido por sílica. Esses tratamentos podem ser aplicados separadamente ou combinados.

Nas cerâmicas vítreas convencionais (cerâmica feldspática, leucita e dissilicato de lítio) e nas cerâmicas reforçadas (silicato de lítio reforçada com zircônia) sabe-se que o pré-condicionamento com ácido fluorídrico, seguido da aplicação de silano promovem adesão satisfatória entre a cerâmica e o cimento resinoso^{27,29-35}. No entanto, estudos mostraram que o ácido fluorídrico pode afetar negativamente a resistência mecânica das cerâmicas vítreas convencionais³⁶⁻⁴⁰. Há outro fator importante relacionado as cerâmicas reforçadas, deve-se avaliar se a inclusão de dióxido de zircônia na matriz vítrea da cerâmica influencia no seu processo de adesão. Para zircônia a cimentação adesiva continua sendo um grande desafio⁴¹⁻⁴⁴ e não existe concordância quanto ao melhor pré-condicionamento superficial⁴⁵. Apesar do jateamento com partículas de Al_2O_3 (óxido de alumínio) revestidas com sílica (silicatização) associado a aplicação do silano (silanização) ter sido considerado o padrão ouro para zircônia^{42,43,46}. Vários estudos mostraram o efeito negativo do jateamento na resistência mecânica da zircônia^{41,47-50}.

Na busca por eliminar os efeitos deletérios do ácido fluorídrico e do jateamento sobre a superfície das cerâmicas e, simplificar as etapas de cimentação, surgiu o primer cerâmico autocondicionante de passo único^{51,52}. Esse primer pode ser usado em todos os compósitos de cimentação à base de metacrilato e todas cerâmicas à base de sílica^{53,54}. No entanto, não há estudos que avaliaram seu efeito na adesão das

cerâmicas de última geração (cerâmica reforçadas e zircônia translúcida) à longo prazo.

Diante do surgimento de novas cerâmicas, faz-se necessário conhecer suas propriedades estruturais e adesivas. Buscando a compreensão da adesão desses novos materiais ao cimento resinoso, somado ao uso de novos pré-condicionamentos de superfície, como primer de passo único. Desse modo, será possível indicar o pré-condicionamento de superfície adequado para cada tipo de cerâmica e conhecer sua influência na resistência de união à longo tempo.



Objetivos

2 OBJETIVOS

Os objetivos deste estudo foram:

1. Caracterizar a microestrutura das cerâmicas após diferentes pré-condicionamentos de superfície para cimentação aplicados separadamente ou combinados;
2. Analisar a resistência de união por microtração (RU_M) e padrões de fratura (P_F) entre as cerâmicas após pré-condicionamentos de superfície e o cimento resinoso após envelhecimentos.

As hipóteses nulas testadas foram: (1) não haveria diferença na topografia estrutural após os diferentes pré-condicionamentos de superfície nas cerâmicas avaliadas; (2) não haveria diferença nos valores de resistência de união a cimento resinoso após os diferentes pré-condicionamentos de superfície nas cerâmicas avaliadas; (3) não haveria diferença nos valores de resistência de união a cimento resinoso após os diferentes pré-condicionamentos de superfície nas cerâmicas avaliadas submetidas a termociclagem.



Materiais e Métodos

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Design experimental

A etapa experimental foi dividida em duas fases: 1) topografia microestrutural e 2) Análise da resistência de união e padrões de fratura.

O estudo contempla três fatores em análise: (1) cerâmicas: Feldspática, Silicato de lítio reforçado por zircônia e Zircônia de média translucidez; (2) Pré-condicionamentos de superfície para cimentação e (3) envelhecimentos (T1 – após 24 horas de armazenagem em água e T2 – após termociclagem de 10.000 ciclos de 5-55°C).

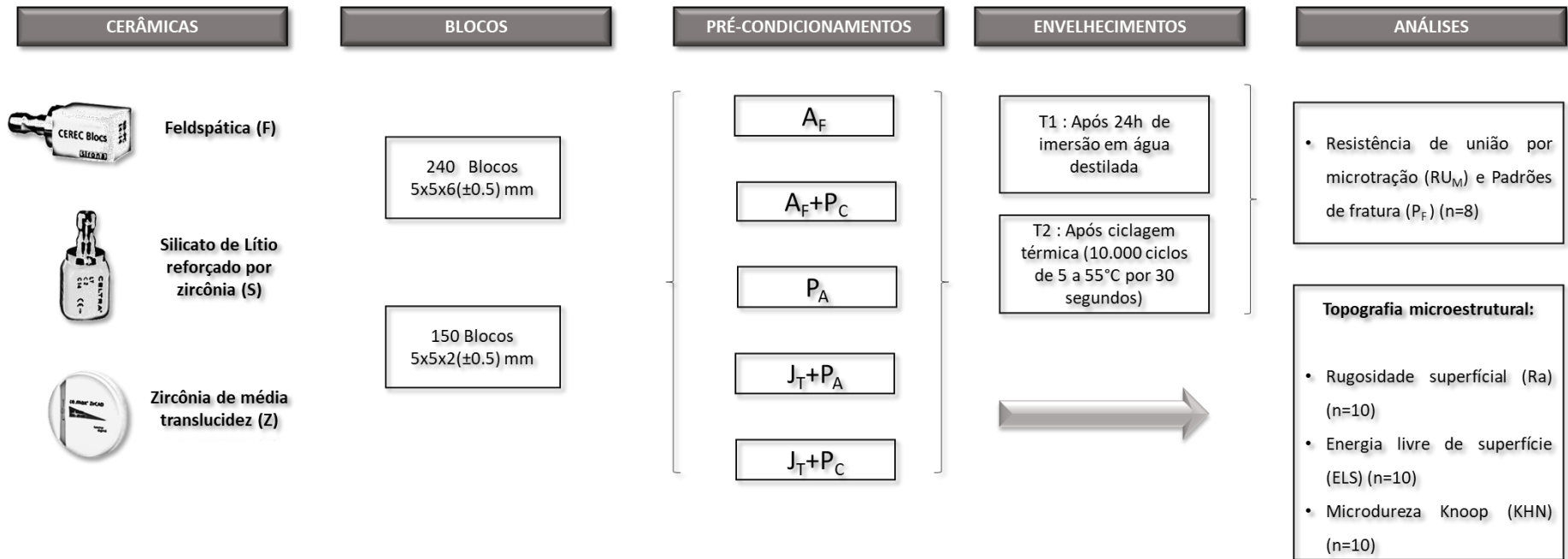
As marcas comerciais, fabricantes, composições e números de lote dos materiais utilizados neste estudo estão listados na Tabela 1.

3.2 Formação dos grupos

Os 390 blocos foram divididos entre as análises topográficas da microestrutura e resistência de união, sendo 150 blocos 5x5x2($\pm 0,5$)mm para análise topográfica ($n=10$) e 240 blocos (5x5x6($\pm 0,5$)mm^{55,56} ($n=8$) para análise da resistência de união divididos em 05 grupos (totalizando 1.920 palitos), de acordo com tipo de cerâmica, pré-condicionamento de superfície e testes realizados (Figura 1):

- (A_F) condicionamento com ácido fluorídrico 10%;
- (A_F+P_C) condicionamento com ácido fluorídrico 10% + aplicação de primer cerâmico universal (Monobond N);
- (P_A) aplicação de primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime);
- (J_T+P_A) jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂ (CoJet™) + aplicação de primer cerâmico autocondicionante de passo único;
- (J_T+P_C) jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂ (CoJet™) + aplicação de primer cerâmico universal.

Figura 1 - Fluxograma contendo a distribuição, número dos blocos, análises e tempos realizados.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2020). Legenda: Cerâmicas (F – Feldspática; S – Silicato de lítio reforçado por zircônia; Z – Zircônia de média translucidez), Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2) e Análises (RU_M – Resistência de união por microtração; P_F – Padrões de fratura; R_a – Rugosidade superficial; ELS – Energia livre de superfície; KHN – Microdureza Knoop).

Tabela 1- Composição dos materiais que foram utilizados neste estudo.

(continua)

Material	Fabricante	Composição	Lote
Filtek Z100 (Resina composta)	3M ESPE Company, Maplewood, Minnesota, Estados Unidos da América (EUA)	Bisfenol-A- glicidilmetacrilato (Bis- GMA), trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA), zircônia/sílica	1924900271 1917200577 1924500138 1919600342
Condicionador de Porcelanas (Ácido fluorídrico 10%)	Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, Estados Unidos da América (EUA)	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante	361389L
Liquid Strip	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein (LI)	Gel de Glicerina	X52103
Monobond N Universal (Silano convencional)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein (LI)	Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato do ácido fosfórico e metacrilato de sulfeto	-
Monobond Etch & Prime (Silano autocondicionante)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein (LI)	Solução aquosa alcoólica de polifluoreto de amônio, metacrilato de silano e corante	X11842

Tabela 2 - Composição dos materiais que foram utilizados neste estudo.

(conclusão)			
Material	Fabricante	Composição	Lote
Celtra™ Duo (Cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia)	Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, Estados Unidos da América (EUA)	SiO ₂ ; P ₂ O ₅ ; Al ₂ O ₃ ; Li ₂ O; K ₂ O; ZrO ₂ ; CeO ₂ ; Na ₂ O; Tb ₄ O ₇ ; V ₂ O ₅ ; Pr ₆ O ₁₁ ; Cr; Cu; Fe; Mg; Mn; Si; Zn; Ti; Zr e Al	-
Cerec Bloc (Cerâmica Feldspática)	Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, Estados Unidos da América (EUA)	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, outros óxidos e pigmentos.	55580 59840
E-max Zircad (MT A1)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein (LI)	Dióxido de zircônio, óxido de háfnio, óxido de alumínio e óxido de ítrio.	W31929
Variolink N (Cimento resino dual)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein (LI)	Bis_GMA, dimetacrilato de uretano, dimetacrilato de trie_lenoglicol, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais, iniciadores, estabilizadores e pigmentos.	Base: X15767 Catalizador: Y06775
CoJet™ Sand (Jateamento de 50µm)	3M ESPE Company, Maplewood, Minnesota, Estados Unidos da América (EUA)	Al ₂ O ₃ revestido por SiO ₂	-

Fonte: Elaborada pelo Autor (2020).

3.4 Confeção dos espécimes

3.4.1 Preparo dos blocos

Para topografia microestrutural foram seccionados 150 blocos de 5x5x2 ($\pm 0,5$)mm^{55,56} das cerâmicas feldspática (Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, EUA), silicato de lítio reforçado por zircônia (Celtra Duo, Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, EUA) e zircônia de média translucidez (E-max zirCAD MT, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Todos os blocos cerâmicos foram fixados em uma placa acrílica de 10x10x2mm com cianocrilato em gel (Loctite, Henkel Ltda, Düsseldorf, Alemanha) e cera pegajosa para evitar a fratura ou lascamento das cerâmicas durante a secção em cortadeira de precisão (IsoMet 1000, Buehler LTd., Lake Flud, IL, EUA), utilizando disco de corte diamantado Extec High Concentration Modelo 12205 (Extec, Enfield, CT, EUA).

Todos os blocos foram sinterizados, conforme as instruções do fabricante, em forno Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Os blocos foram polidos em politriz automática (AutoMet 250, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) com irrigação constante de água e pressão manual por meio de lixas metalográficas de granulação #600, #800, #1200 (CarbiMet 2; Buehler, Lake Bluff, IL, EUA)⁵⁷. Ao término, foram realizadas três mensurações da altura, largura e comprimento dos blocos com um paquímetro digital (Paquímetro Digital Digimatic, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil). Em seguida, todos os blocos foram lavados em banho ultrassônico (Lavadora Ultrasonic Cleane, Unique, Indaiatuba, São Paulo, BR) em água deionizada por 5 minutos, seguido de banho em solução de álcool etílico a 99º por 2 minutos e, novamente em banho em água deionizada por 1 minuto, para remoção das impurezas presentes na superfície dos mesmos⁵⁸.

Para a análises da resistência de união e padrões de fratura foram confeccionados 240 blocos cerâmicos de 5x5x6 ($\pm 0,5$)mm, seguindo as normas ISO 687226⁵⁶, conforme descrito acima. A seguir, foram confeccionados 240 blocos em resina composta (RC) Filtek Z100 (3M

Company, Maplewood, Minnesota, EUA) idênticos aos blocos cerâmicos. A inserção da resina ocorreu pela técnica incremental em camadas de aproximadamente 1mm em matriz²¹ de Zetalabor (Zhermack, Badia Polesine, Itália), estas foram fotopolimerizadas por 40 segundos por fotopolimerizador de alta intensidade Bluephase N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Todos os blocos foram lixados, mensurados e lavados, conforme descrito anteriormente.

3.4.2 Pré-condicionamentos de Superfície

3.4.2.1 A_F

Os blocos foram posicionados na matriz de Zetalabor (Zhermack, Badia Polesine, Itália), toda a superfície exposta na matriz foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, EUA), por 60 segundos. Em seguida, foram lavados com jato de ar-água durante 60 segundos e secos com ar por 30 segundos⁵⁹⁻⁶¹.

3.4.2.2 A_F+P_C

Os blocos cerâmicos foram submetidos ao condicionamento ácido, conforme descrito no item 3.4.2.1. Em seguida, a superfície foi submetida à aplicação do primer cerâmico universal (Monobond N) aplicado com o auxílio de um *microbrush* por 15s e aguardados 60s para sua reação.

3.4.2.3 P_A

Os blocos cerâmicos foram posicionados na matriz já descrita. Toda a superfície exposta na matriz foi o condicionada e silanizada pelo primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime - Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, EUA) friccionado na superfície por 20 segundos com *microbrush* e aguardado mais 40 segundos passivos sobre a

superfície. Após foi lavado até sua completa remoção, e seco com jatos de ar durante 10 segundos, seguindo as recomendações do fabricante.

3.4.2.4 J_T+P_A

Os blocos cerâmicos foram jateados com partículas de 50 µm de óxido de alumínio (AL₂O₃) revestido por sílica (SiO₂) (CoJet™ System, 3M Company, Maplewood, Minnesota, EUA)⁶². A distância entre a superfície de jateamento e a ponta do microjateador foi padronizado em uma distância de 10mm perpendiculares e o tempo do jateamento em 20s⁶²⁻⁶⁴ sob pressão de 2.5 bar. As partículas incidiram perpendicularmente a superfície da cerâmica. Em seguida, os blocos foram lavados com jato de ar-água e secos com ar por 30 segundos⁶⁵. Em seguida foi realizado o protocolo descrito no item 3.4.2.3.

3.4.2.5 J_T+P_C

Os blocos foram jateados com partículas de 50 µm de óxido de alumínio (AL₂O₃) revestido por sílica (SiO₂), conforme descrito no item 3.4.2.4. Em seguida, a superfície foi submetida à aplicação do primer cerâmico universal (Monobond N) aplicado com o auxílio de um microbrush por 15s e aguardados 60s para sua reação

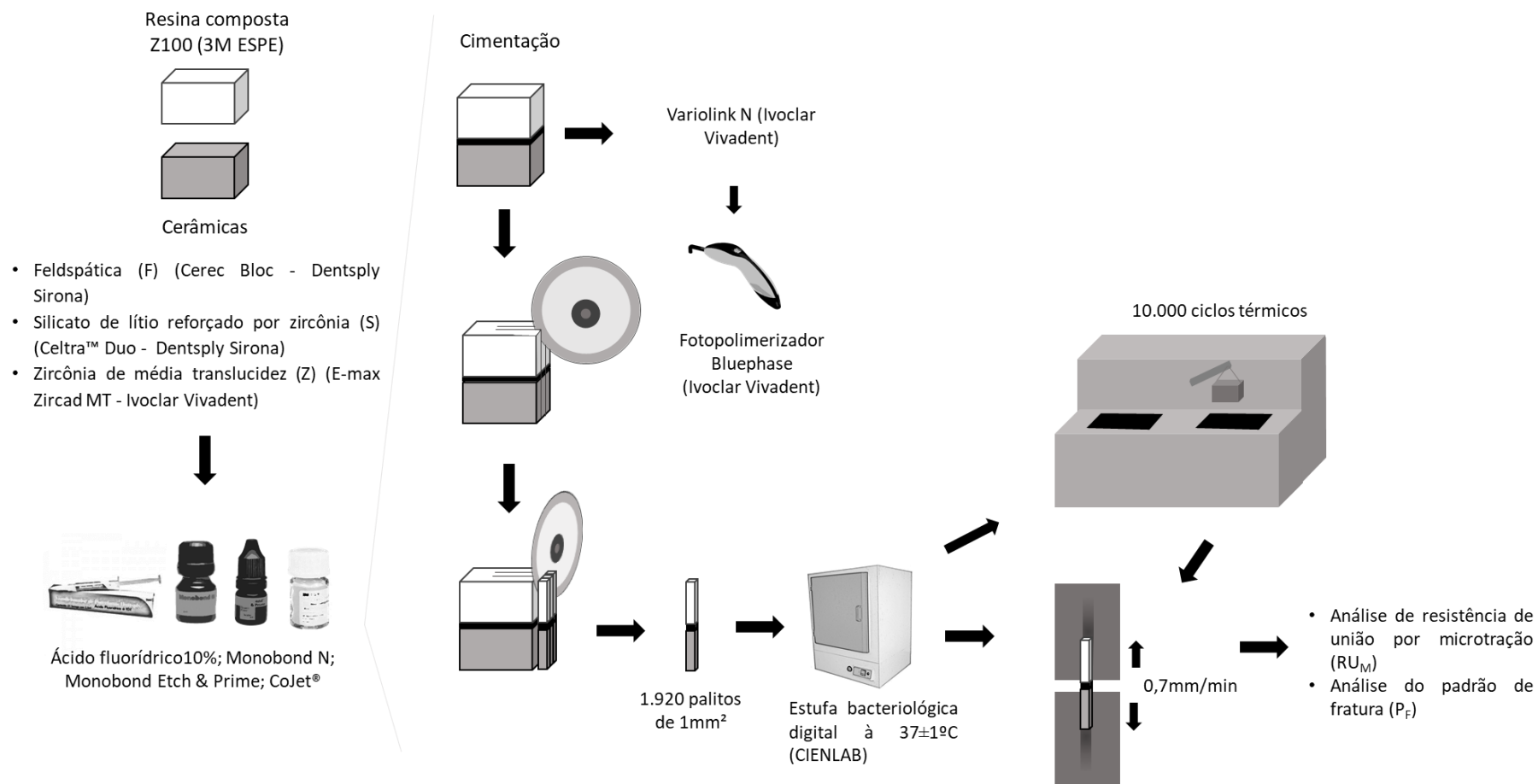
3.4.3 Procedimento de cimentação e secção dos palitos

Cada bloco foi cimentado ao bloco correspondente de resina composta (Figura 2). Primeiramente, os blocos cerâmicos foram estabilizados em uma matriz de silicone (Zetalabor, Zhermack, Badia Polesine, Itália). O cimento resinoso Variolink N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)⁶⁶ foi manipulado segundo as recomendações do seu fabricante e aplicado com o auxílio de uma espátula metálica (Quinelato Instrumentos Cirúrgicos, Rio Claro, SP, Brasil) sobre a superfícies das cerâmicas, gerando uma camada

de 1mm de espessura. O outro bloco, em RC, foi acomodado ao delineador adaptado para cimentação, seguindo as normas ISO 4049⁶⁷. Logo após, foi aplicada carga (0,500kgf) perpendicular à superfície de união. Os excessos de cimento foram removidos com pincel, aplicou-se o inibidor de oxigênio (Liquid Strip, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), seguido pela polimerização realizada por fotopolimerizador (Bluephase N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) intensidade de luz de 1.400 mW/cm², 40 segundos em cada lado e aguardado 8 minutos, em uma temperatura programada em 37±1°C (estufa bacteriológica digital CIENLAB Equipamentos Científicos Ltda, Campinas, São Paulo, Brasil) para sua completa polimerização. Os conjuntos cerâmica/cimento/resina foram armazenados em água destilada a 37±1°C em estufa bacteriológica digital (CIENLAB Equipamentos Científicos Ltda, Campinas, São Paulo, Brasil)⁶⁸. Posteriormente, os conjuntos cerâmica/cimento/resina foram fixados com cianocrilato em gel (Super Bonder, Loctite, Henkel Ltda, Düsseldorf, Alemanha) e cera pegajosa sobre uma placa de acrílico de 10x10x2cm. Esse conjunto foi levado a cortadeira metalográfica (IsoMet 1000, Buehler, Illinois, EUA) para serem seccionados perpendicularmente a linha de cimentação, com refrigeração abundante com água.

As laterais das amostras (±0,8mm) foram recortadas e descartadas, apenas as fatias centrais foram utilizadas para o teste (8 palitos para cada uma das 8 amostras de cada grupo)⁵⁵. Todos os 1.920 palitos foram confeccionados com aproximadamente 1x1x12 (±0,05)mm² ^{68,69}, mensuradas com paquímetro digital (Paquímetro Digital Digimatic, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil) e armazenados em água deionizada em estufa bacteriológica digital (CIENLAB Equipamentos Científicos Ltda, Campinas, São Paulo, Brasil) a 37±1°C por 24h. Posteriormente, seguiram seus tempos de análise, conforme o item 3.7.

Figura 2 - Fluxograma dos materiais e análise.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Legenda: Cerâmicas (F – Feldspática; S – Silicato de lítio reforçado por zircônia; Z – Zircônia de média translucidez), Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂) e Análises (RU_M – Resistência de união por microtração; P_F – Padrões de fratura; Ra – Rugosidade superficial; ELS – Energia livre de superfície; KHN – Microdureza Knoop).

3.5 Variáveis de resposta

- Topografia microestrutural:

As análises da topografia microestrutural foram realizadas após os diferentes pré-condicionamentos de superfícies propostos.

3.5.1 Rugosidade Superficial (Ra)

A leitura de rugosidade superficial foi determinada por meio de um rugosímetro (Rugosímetro portátil Mitutoyo SJ-411) Cada bloco foi individualmente posicionado no centro do equipamento e a ponta medidora do rugosímetro na superfície do mesmo. Aleatoriamente foi realizada a leitura no centro da amostra, e duas leituras paralelas, à direita e à esquerda desse centro sendo a média calculada após essas três leituras. Os valores de Ra (média aritmética da rugosidade de superfície), foram mensurados em micrômetros (μm) com varredura de 300 μm , no tempo constante de 12 segundos.

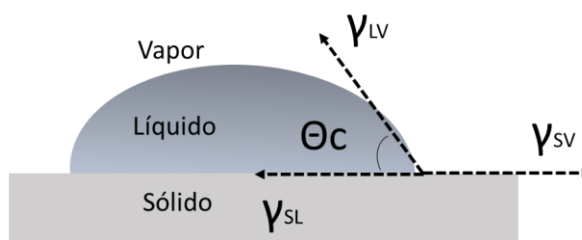
3.5.2 Energia livre de superfície (ELS)

Os blocos foram utilizados para realização do ensaio de ângulo de contato. Esse ensaio, forneceu informações necessárias para que se determine a energia livre de superfície dos materiais testados. Os valores de ângulo de contato foram obtidos por meio de um goniômetro automático (DSA100S, KRÜSS GMBH, Hamburgo, Alemanha) utilizando três líquidos com energia de superfície conhecida: água deionizada (polar), diiodometano (apolar) e etileno glicol (polar com componentes ácido e base). Para a determinação do ângulo de contato, uma gota com volume de 0,5 μL de cada líquido foi dispensado em um quadrante diferente na superfície do bloco cerâmico. Um segundo após a deposição da gota, os ângulos de contatos (direito e esquerdo) foram medidos usando uma câmera CCD (*charge-coupled device*) para captura da imagem e o método

de análise de forma Laplace-Young (Drop Shape Analysis DSA4 Software, version 2.0-01, Krüss) (Figura 3). Cada gota teve os ângulos de contato medidos cinco vezes durante 5s a uma temperatura de 22°C e umidade relativa do ar de 44 ± 6 (Termo-Higrômetro Digital HTH-240, Hikari, São Paulo, SP, Brasil)^{70,71}.

A ELS foi obtido por meio da equação de Young: $\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos \theta$; sendo que θ é o valor do ângulo de contato e γ é a energia de superfície da interface sólido-vapor (sv), sólido-líquido (sl) e líquido vapor (lv).

Figura 3 - Esquema de análise do ângulo de contato para Energia Livre de Superfície (ELS).



Fonte: Elaborado pelo Autor (2020).

3.5.3 Microdureza Knoop (KHN)

Os blocos foram submetidos a leituras em microdurômetro (HMV 2000 Shimadzu, Tokyo, Japão), com carga estática de 2.942N (HK 0.3) por 15 segundos. Foram realizadas três endentações na região central do espécime com distância de 100 µm entre cada endentação e o valor da KHN, seguindo a fórmula abaixo, de cada espécime foi estipulado pela média destes valores⁷².

$$KHN = \frac{F}{A} = \frac{F}{CL^2}$$

- KHN = valor da microdureza Knoop
- F = é a carga aplicada em kgf
- A = é a projeção da área não recuperada da endentação em mm²
- L = é o comprimento medido da diagonal maior da endentação em mm
- C = 0.07028 = é a constante do endentador, relacionando a área rojetada da endentação ao quadrado do comprimento da diagonal maior⁷³.

3.5.4 Resistência de união por microtração (RU_M)

Os palitos foram secos com papel absorvente e previamente ao ensaio de microtração cada um foi fixado pelas extremidades com cola de cianoacrilato em gel (Loctite 454, Henkel Ltda., São Paulo, SP, Brasil) no dispositivo metálico OD03d (Odeme Equipamentos Médico e Odontológicos Ltda., Joaçaba, SC, Brasil). O conjunto (cerâmica/cimento/resina) foi acoplado à máquina de ensaio universal Odeme Microtensile OM 100 (Odeme Dental Research, Luzerna, SC, Brasil) com célula de carga de 50N, à velocidade de 0,7mm/min, segundo as normas descritas na ISO/TS 11405⁷⁴. No momento da fratura o ensaio foi interrompido automaticamente.

Os valores de resistência de união foram obtidos em MPa por meio da fórmula:

$$RU = (F/A)$$

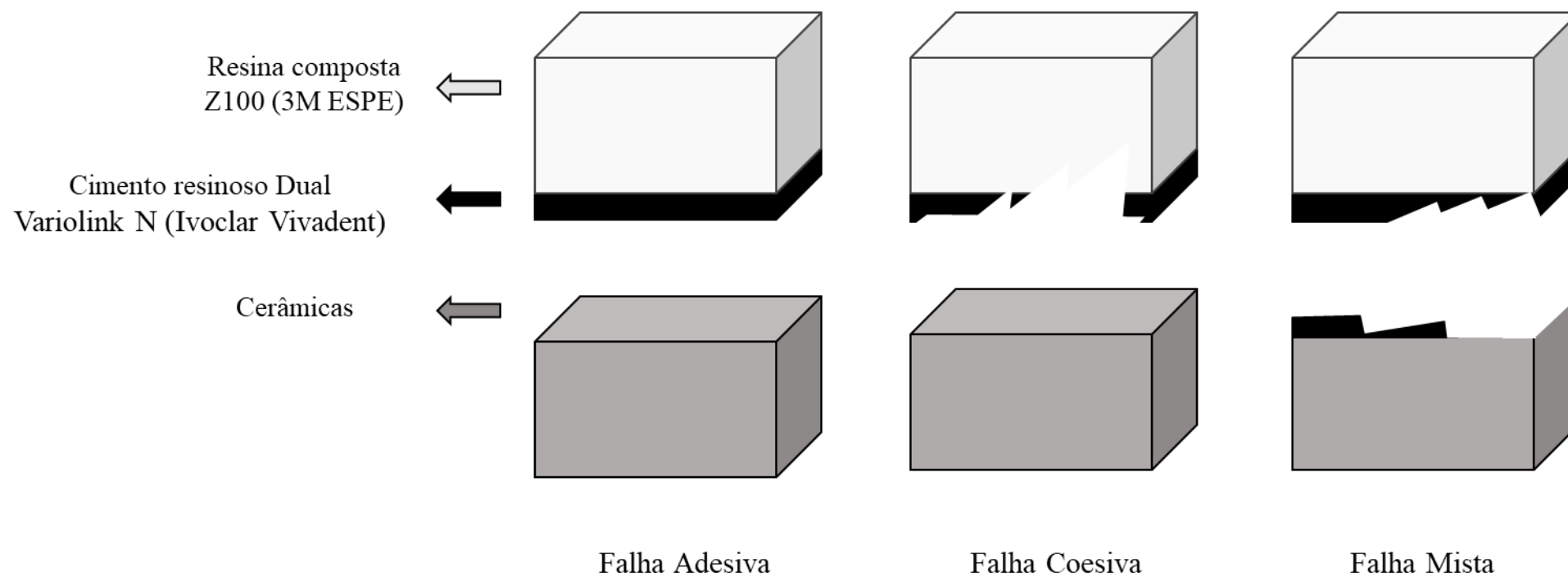
Onde RU = resistência de união, F = carga necessária para fraturar o espécime (N), A = área da interface de união em mm².

3.5.5 Análise dos padrões de fratura (P_F)

Após ensaio de microtração (3.5.4), as duas porções do espécime (palito) foram avaliados no estereomicroscópio (SteREO Discovery V20,

Carl Zeiss, Alemanha), acoplado a uma câmera digital (AxioCam, Carl Zeiss, Alemanha) em aumento de 25x, quanto ao padrão de fratura, de acordo com o tipo de falha. As fraturas foram classificadas em (Figura 4):

- a) Adesiva: quando a falha ocorreu na interface cimento-cerâmica em mais de 75% da área analisada;
- b) Coesiva: quando a falha ocorreu no interior da cerâmica ou em resina composta, em mais de 75% da área analisada;
- c) Mista: quando não houve predominância maior que 75% de qualquer tipo de falha.

Figura 4 - Análises de falha de união.

Fonte: Elaborada pelo Autor (2020).

3.6 Envelhecimento

3.6.1 Armazenagem em água

Todos os espécimes/palitos foram armazenados em água destilada à $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ em estufa bacteriológica digital (CIENLAB Equipamentos Científicos Ltda, Campinas, São Paulo, Brasil) por 24 horas⁷⁵⁻⁷⁷(T1).

3.6.2 Termociclagem (T2)

Decorrido o prazo de armazenamento de 24h em água destilada à $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ⁴⁶, os palitos foram submetidos a ciclagem térmica, variando a temperatura entre 5 e 55°C por 30 segundos (ISO 11405)⁷⁴, totalizando 10.000 ciclos em uma máquina de simulação de ciclos térmicos⁷⁸⁻⁸¹.

3.7 Análise dos dados

3.7.1 Métodos estatísticos

Para a obtenção dos cálculos estatísticos os dados foram submetidos ao software IBM®SPSS Statistics (versão 25, IBM SPSS, Armonk, NY, USA). Os resultados foram apresentados descritivamente através das estatísticas média e desvio padrão (Média $\pm$ DP).

Para as análises da topografia microestrutural (Ra, ELS e KHN), foi realizado o teste de normalidade de Shapiro-Wilk e Kolmogorov-Smirnov. A escolha da análise de variância (ANOVA de medidas repetidas) sob dois fatores (cerâmica e tratamento de superfície) ocorreu em situações que a normalidade foi registrada. No caso de diferença significativa, foram realizadas comparações múltiplas pelo teste de Tukey ou Bonferroni ($\alpha = 0,05$).

Para o teste de RU_M a estatística inferencial consistiu nos testes de análise de normalidade de Kolmogorov-Smirnov, na análise de variância (ANOVA para medidas repetidas) sob três fatores (cerâmica, pré-condicionamento de superfície e envelhecimentos) e teste de Bonferroni (α

= 0,05), para verificar as diferenças estatisticamente significantes entre as condições experimentais.

Os dados do P_F foram tabulados em Microsoft Excel® (Microsoft Office Professional Plus 2016, Microsoft Corporation, Redmond, D.C., EUA) e convertidos em gráfico.



Resultados

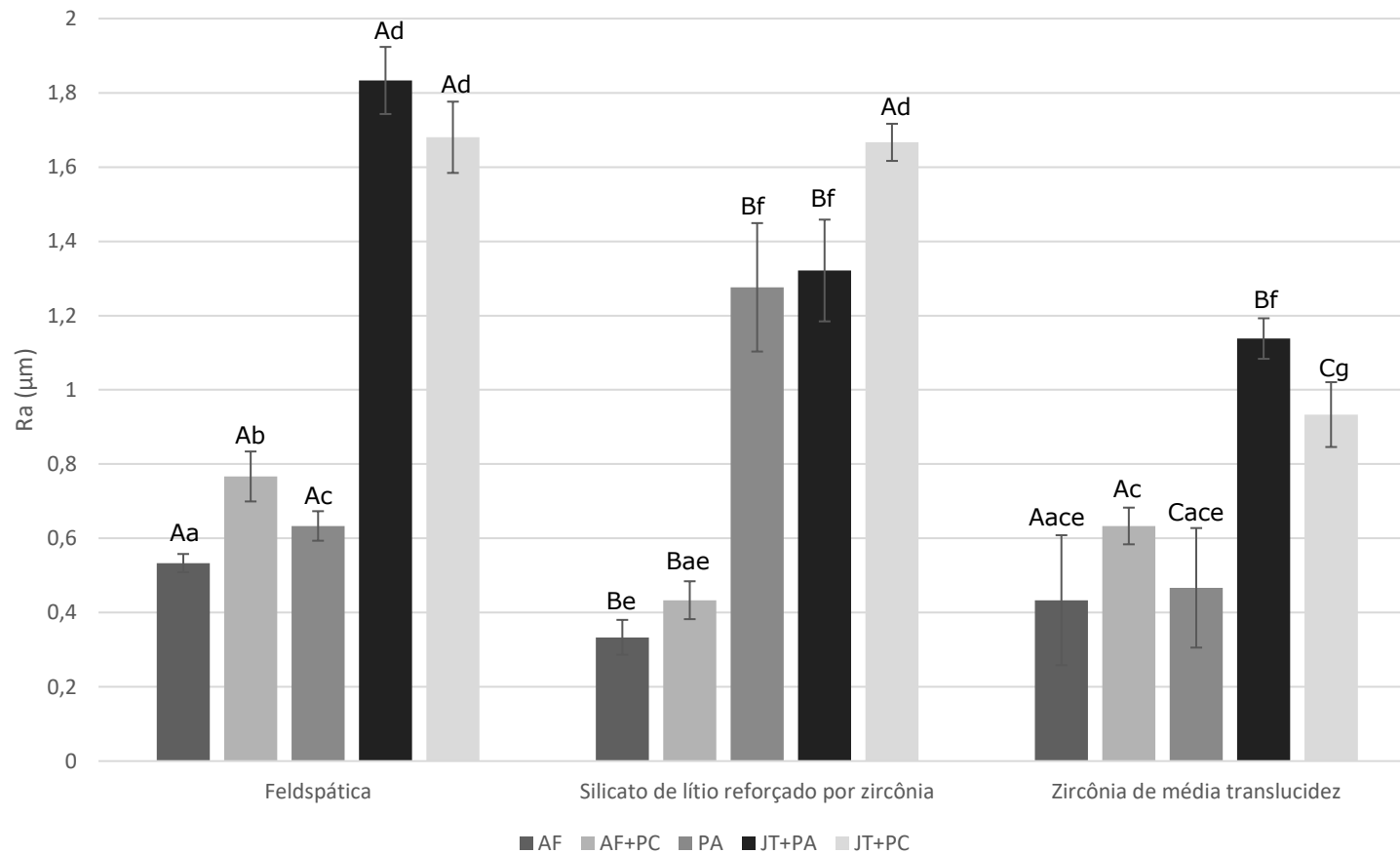
4 RESULTADOS

4.1 Rugosidade superficial (Ra)

Pode-se observar que os pré-condicionamentos de superfície que usaram a combinação com jateamento (J_T+P_C e J_T+P_A) apresentaram maiores valores de Ra em todos os tipos de cerâmicas avaliadas ($p<0,05$), os quais diferiram entre si ($p>0,05$).

O pré-condicionamento A_F+P_C gerou maior valor de Ra na cerâmica à base de silicato de lítio reforçada com zircônia em comparação com o P_A ($P<0,05$). O inverso ocorreu na cerâmica feldspática (Figura 5).

Figura 5 - Média (DP) da rugosidade superficial (μm) das cerâmicas após pré-condicionamentos.

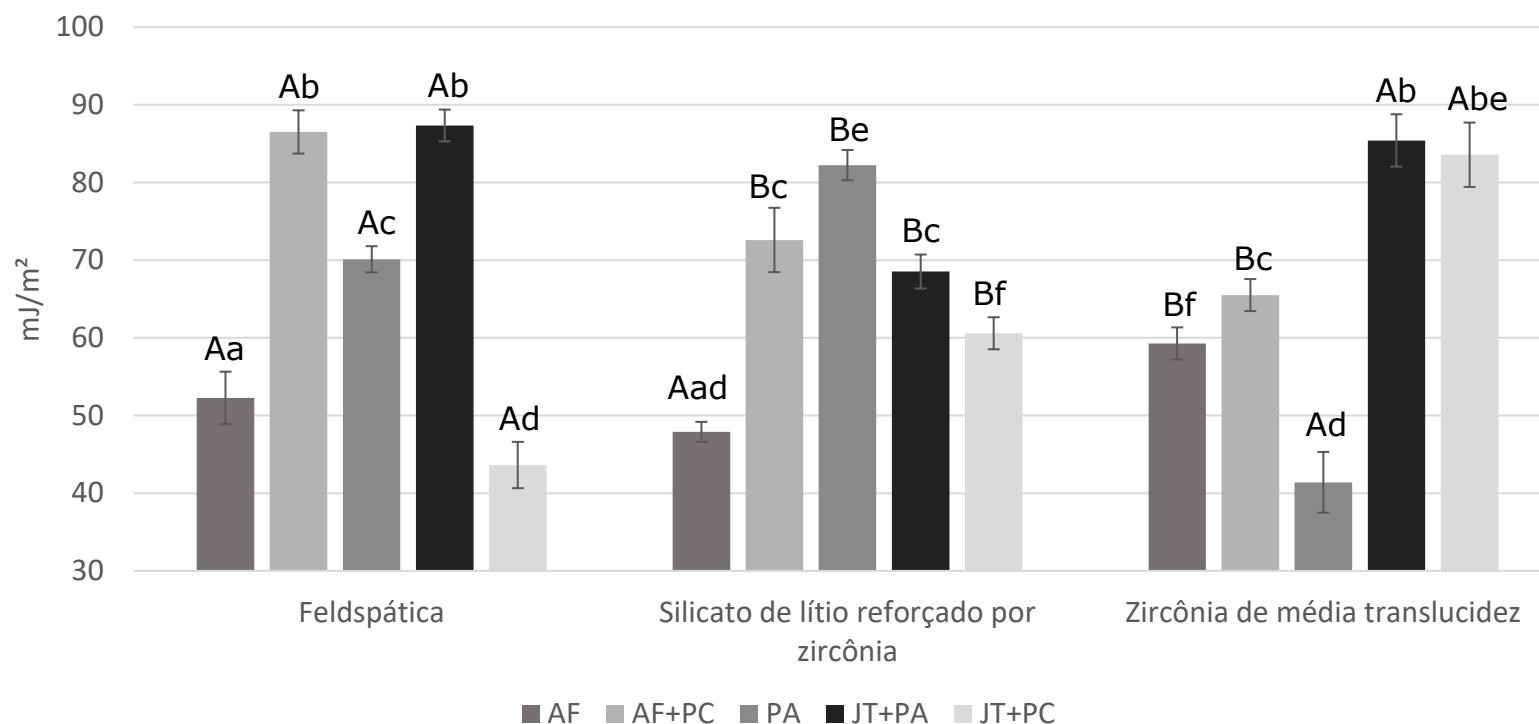


Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre cerâmicas. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre pré-condicionamentos. Legenda: Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂).

4.2 Energia livre de superfície (ELS)

A ELS foi influenciada pelos pré-condicionamentos das superfícies cerâmicas, em nosso estudo, cada cerâmica apresentou maior ELS após pré-condicionamento de superfície específico (Figura 6). Para a F foram os tratamentos P_A e o J_T+P_C , para a S foi A_F+P_C e para a Z foram J_T+P_C e J_T+P_A .

Figura 6 - Média (DP) da energia livre de superfície (mJ/m²) das cerâmicas após pré-condicionamentos.

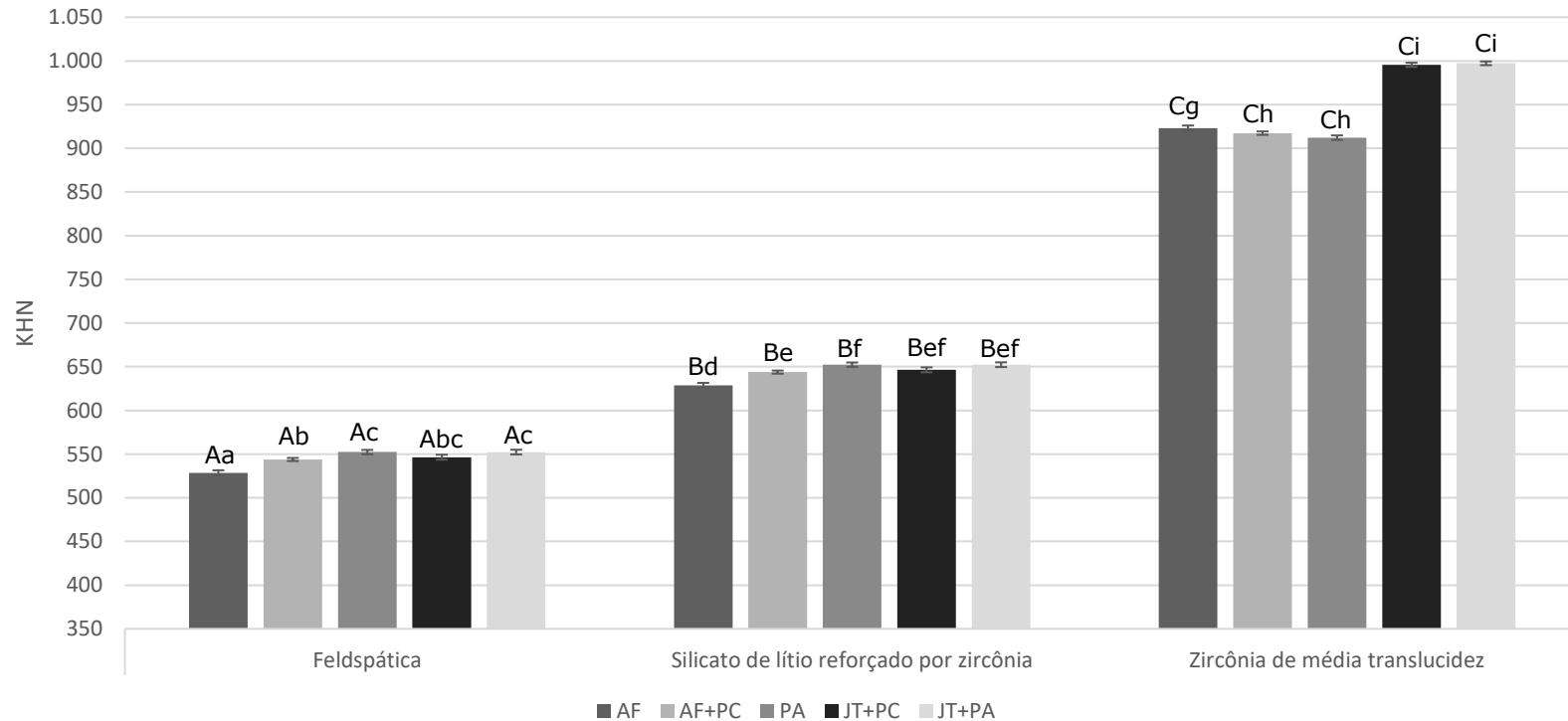


Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre cerâmicas. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre pré-condicionamentos. Legenda: Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂).

4.3 Microdureza Knoop (KHN)

No geral, a cerâmica Z apresentou maior valor de KHN, seguida da cerâmica S e F, com diferença significativa entre eles ($p < 0,05$), independente do pré-condicionamento realizado (Figura 7). Deve-se destacar que uma pequena diferença significativa foi apresentada nos valores de KHN após os condicionamentos de superfície, independentemente do tipo de cerâmica ($p < 0,05$). Apenas na cerâmica Z, houve aumento estatisticamente significativo ($p < 0,05$) após jateamentos ($J_T + P_C$ e $J_T + P_A$).

Figura 7 - Média (DP) da microdureza (KHN) das cerâmicas após pré-condicionamentos.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre cerâmicas. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre pré-condicionamentos. Legenda: Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂).

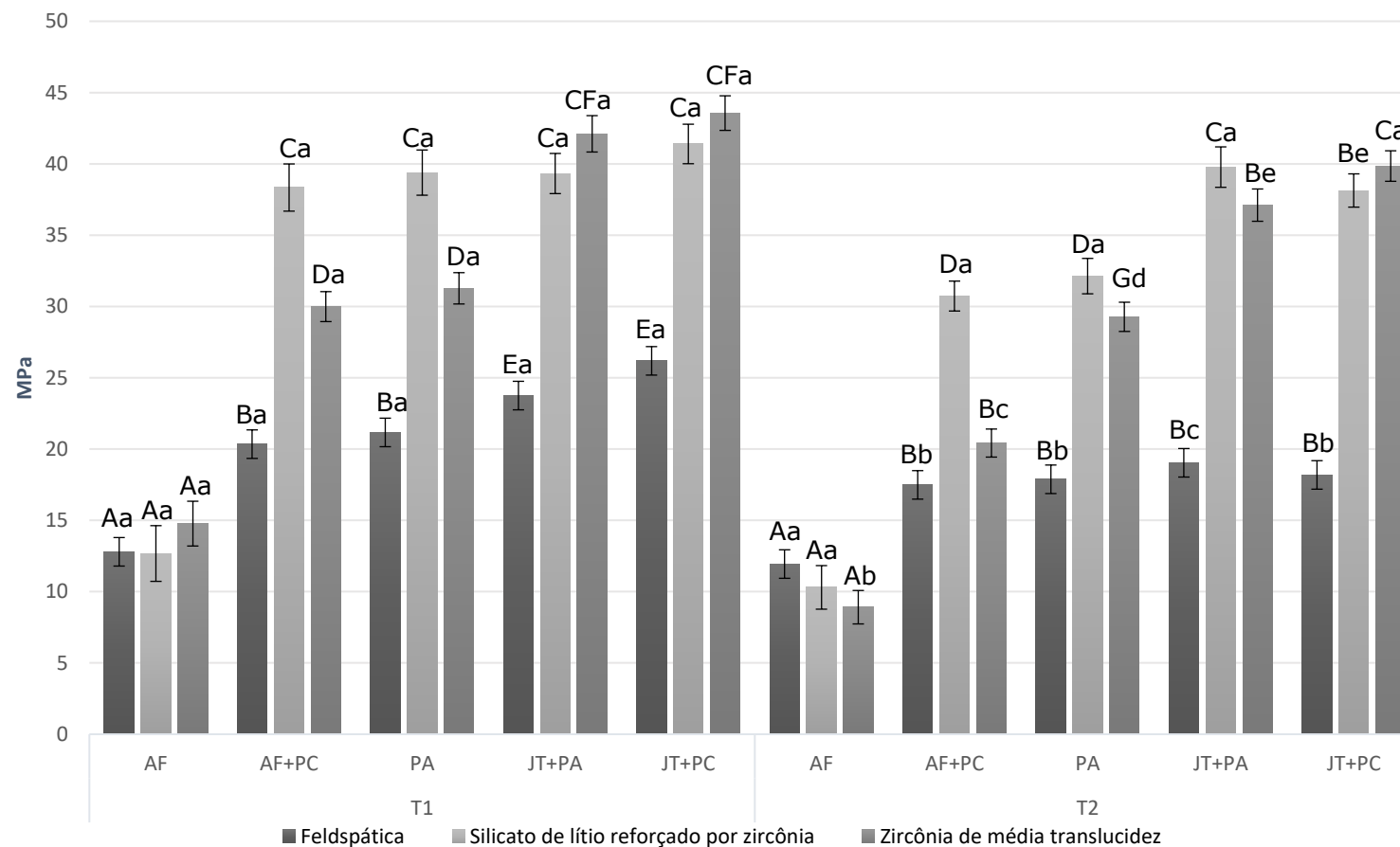
4.4 Resistência de união por microtração (RU_M)

Foi observado que os pré-condicionamentos de superfície e os tipos de cerâmicas influenciaram nos valores de resistência de união por microtração (RU_M). Para cerâmica feldspática (F), os grupos tratados com jateamento e primers (J_T+P_C e J_T+P_A) apresentaram valores de RU_M superiores aos demais tratamentos. não houve diferença estatística significativa nos valores de RU_M entre o grupo pré-condicionado com ácido fluorídrico a 10% + primer cerâmico universal (A_F+P_C) e o grupo tratado com primer cerâmico autocondicionante de passo único (P_A)

Para cerâmica à base de silicato de lítio reforçada com zircônia (S) com exceção do tratamento com AF isolado, que mostrou baixo valor de RU_M (Figura 8), todos os outros pré-condicionamentos apresentaram altos valores de RU_M , sem diferença significante entre eles ($p<0,05$).

No presente estudo, para os grupos de zircônia translúcida (Z), não houve diferença significativa entre os tratamentos com jateamento + primers (J_T+P_C e J_T+P_A) que obtiveram os maiores valores de RU_M .

Figura 8 - Média (DP) da resistência de união por microtração (Mpa) das cerâmicas após armazenagem sem (T1) e com termociclagem (T2).

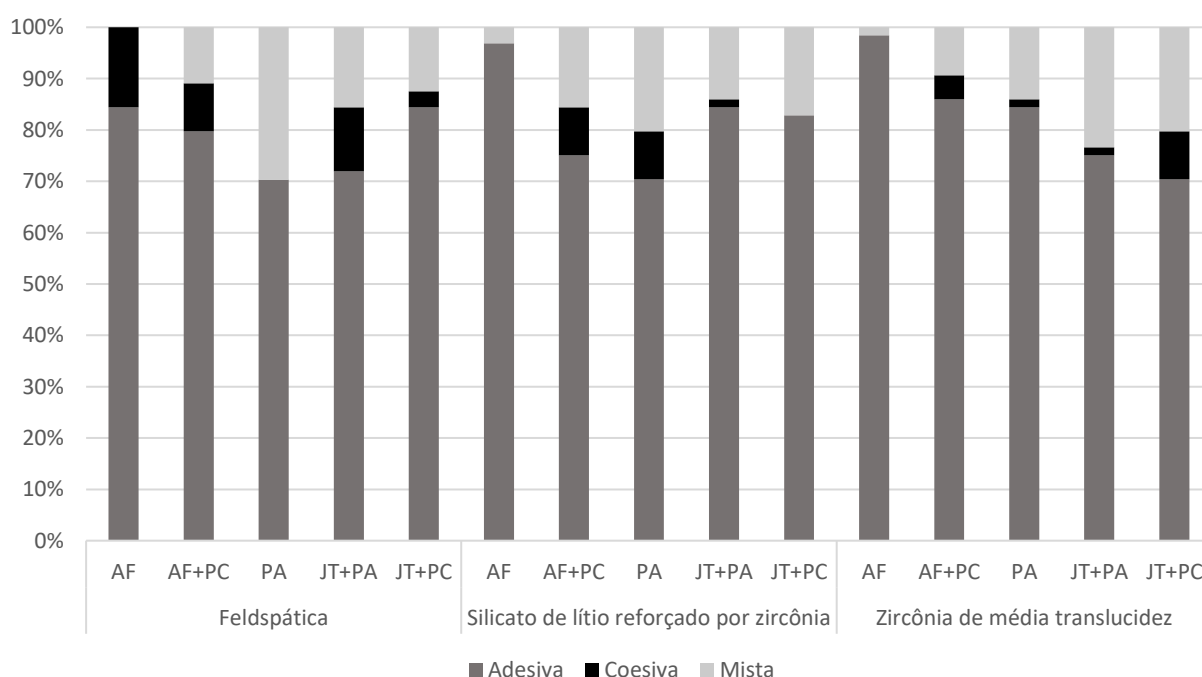


Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre cerâmicas. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre pré-condicionamentos. Legenda: Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂).

4.5 Padrão de fratura (P_F)

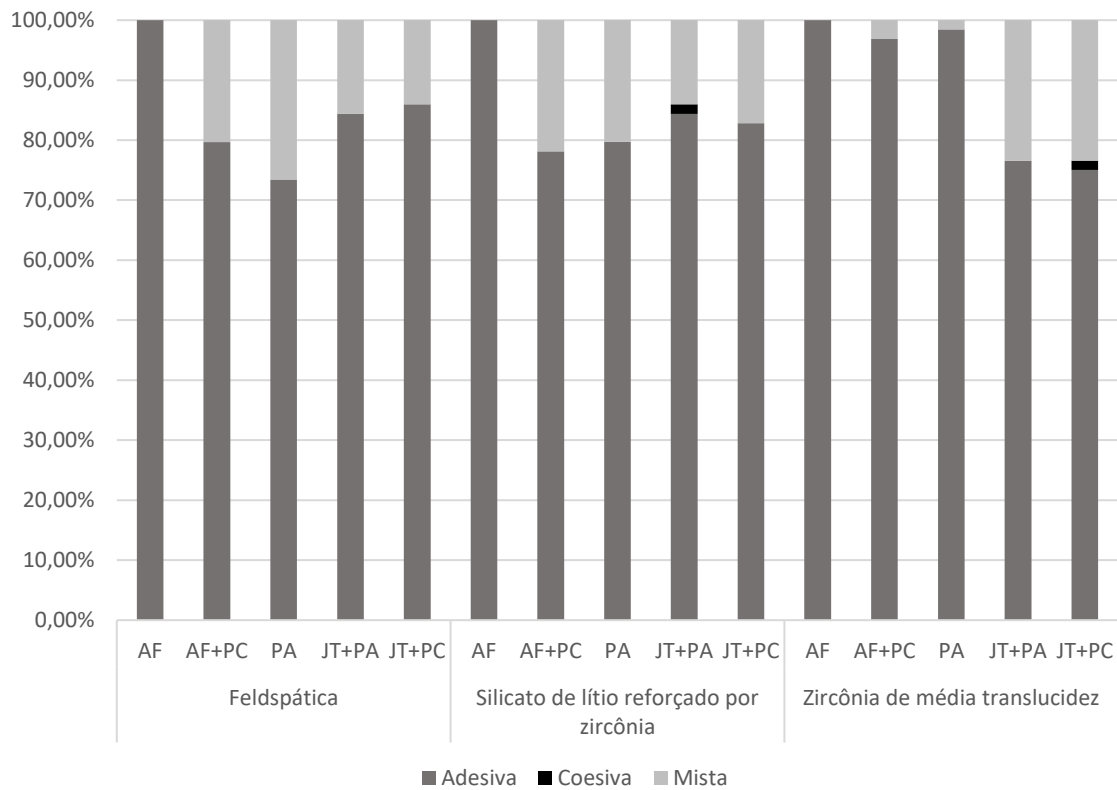
Pode-se observar que em todos os grupos houve predominância de falhas adesivas (superior a 70%), independente da termociclagem (Figuras 9 e 10).

Figura 9 - Distribuição percentual (%) dos padrões de fratura para cada grupo, após armazenagem em água por 24 horas (T1).



Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Legenda: Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al_2O_3 revestido por SiO_2).

Figura 10 - Distribuição percentual (%) dos padrões de fratura para cada grupo, após termociclagem de 10.000 ciclos (T2).



Fonte: Elaborado pelo Autor (2020). Legenda: Pré-condicionamentos (A_F – Ácido fluorídrico 10%; P_C – Primer cerâmico universal (Monobond N); P_A – Primer cerâmico autocondicionante de passo único (Monobond Etch & Prime); J_T – Jateamento com Al₂O₃ revestido por SiO₂).



Discussão

5 DISCUSSÃO

Neste estudo, pode-se observar que os pré-condicionamentos influenciaram na topografia estrutural de todas as cerâmicas, já que, houve diferença estatística significativa nas variáveis rugosidade superficial, energia livre de superfície e microdureza Knoop, rejeitando-se assim a primeira hipótese nula do estudo. A superfície irregular da cerâmica melhora a capacidade de molhamento da superfície e fornece ao agente de adesão maior capacidade de penetrar nas irregularidades da superfície e criar microembricamentos mecânicos³³.

Em nosso estudo, os pré-condicionamentos de superfície que usaram a combinação com jateamento apresentaram maiores valores de Ra em todos os tipos de cerâmicas avaliadas, principalmente nas cerâmicas vítreas (F e S) (Figura 5). O fato de o jateamento provocar maior irregularidade na estrutura das cerâmicas, já era esperado devido a abrasão mecânica provocada na superfície cerâmica, causada pela pressão e choque das partículas sobre a superfície, gerando irregularidades superfícies¹⁸. Todavia, as alterações na resistência mecânica das cerâmicas provocadas pelo jateamento também devem ser ponderadas. O jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) é o condicionamento de escolha para cerâmicas à base de zircônia^{41,48}. Contudo, há relatos na literatura, que sugerem que de alguma forma tem um efeito negativo na resistência mecânica dessas cerâmicas^{41,48-50}. Diante disso, seu efeito deletério pode ser muito maior em cerâmicas com alto conteúdo vítreo, podendo ocasionar perda de volume em peso destas cerâmicas e diminuir sua resistência mecânica a longo prazo⁷⁶.

Outra característica estrutural importante na adesão cerâmica/cimento é a energia livre de superfície, determinada pela capacidade de atração interatômica entre a superfície da restauração protética e os agentes de adesão (adesivo/silano/cimento resinoso), quanto maior for a ELS, maior será a capacidade de espalhamento que o cimento

apresentará sobre determinada superfície (molhabilidade) e maior será sua capacidade de adesão³³. Neste estudo, a ELS das cerâmicas foi influenciada pelos pré-condicionamentos de superfície. Os pré-condicionamentos testados aumentaram a rugosidade da superfície das cerâmicas. Consequentemente, superfície com microasperezas podem aumentar a energia livre de superfície das cerâmicas^{36,41,48}, o que corrobora com os resultados deste estudo, onde o tratamento J_T+P_C apresentou maiores valores de Ra e ELS na cerâmica feldspática e na zircônia.

A microdureza é outra importante propriedade de resistência mecânica das restaurações cerâmicas. O valor da microdureza é uma combinação de módulo de elasticidade e resistência⁷⁹. Cada cerâmica apresentou valor de microdureza dentro dos parâmetros estabelecidos pelos seus respectivos fabricantes. Sendo que a cerâmica Z apresentou maior valor de KHN, seguida da cerâmica S e F, sendo diretamente proporcional ao conteúdo cristalino de cada material^{85,86} (Figura 7). Deve-se destacar que não houve diferença estatística significativa dos valores de KHN após os condicionamentos de superfície, independente do tipo de cerâmica ($p < 0,05$). Apenas na cerâmica Z, houve aumento estatisticamente significativo ($p < 0,05$) após jateamentos (J_T+P_C e J_T+P_A). Acredita-se que o jateamento pode fortalecer a zircônia por induzir à transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica, que resulta em um aumento de volume de cerca de 3-4% e, consequentemente aumento da microdureza⁴⁷.

A falha na adesão da restauração protética à estrutura dental é responsável por diversas complicações clínicas, tais como: cárie, infiltração marginal, fraturas e trincas nas cerâmicas, sensibilidade dentária e reação pulpar⁸⁷. A resistência de união pode ser influenciada por diversos, fatores tais como: qualidade do substrato dental, método de condicionamento das superfícies (dente/cerâmica), seleção adequada do sistema de adesão (adesivo/primer/cimento), domínio da técnica de cimentação, qualidade da coroa cerâmica e preservação pelo paciente⁸⁸. Desse modo, a seleção correta do pré-condicionamento para cada tipo de cerâmica e dos agentes

de adesão são fundamentais para o sucesso a longo prazo da reabilitação^{82,85}. Foi observado que os pré-condicionamentos de superfície e os tipos de cerâmicas influenciaram nos valores de resistência de união por microtração (RU_M), rejeitando-se assim a segunda hipótese nula do estudo.

O pré-condicionamento apenas com ácido fluorídrico a 10% (A_F) serviu para mensuramos seu efeito de modo isolado e conseguir diferenciar do uso combinado com a primer universal sobre a topografia estrutural e resistência de união das diferentes cerâmicas. Embora a aplicação do A_F , provavelmente, aumente a rugosidade na superfície da cerâmica condicionada^{27,29-32}, essa condição não influenciou nos valores finais de resistência de união, pois esse grupo apresentou os menores valores de RU_M com diferença estatística significativa dos demais tratamentos, independente do tipo de cerâmica. Possivelmente a resistência de união esteja relacionada à capacidade do silano em promover a união química entre a cerâmica e o agente cimentante, em associação com as mudanças estruturais provocadas pelo pré-condicionamento.

Para cerâmica feldspática (F), os grupos tratados com jateamento e primers (J_T+P_C e J_T+P_A) apresentaram valores de RU_M superiores aos demais tratamentos. Ao consideramos os possíveis efeitos prejudiciais do jateamento na resistência mecânica da cerâmica feldspática, torna-se mais seguro a utilização dos protocolos A_F+P_C ou P_A , visto que não houve diferença estatística significativa nos valores de RU_M entre o grupo pré-condicionado com ácido fluorídrico a 10% + primer cerâmico universal (A_F+P_C) e o grupo tratado com primer cerâmico autocondicionante de passo único (P_A) (Figura 8).

O condicionamento com ácido fluorídrico seguido da aplicação de silano têm sido considerado o padrão ouro para o tratamento de cerâmica vítreas^{27,29-32}. A cerâmica feldspática tem composição microestrutural predominantemente vítrea, assim, a aplicação de ácido fluorídrico resulta num padrão topográfico que favorece a adesão²⁷, remove seletivamente a matriz vítrea da cerâmica, solubiliza sua superfície, tornando a superfície

porosa e expõe sílica presente na cerâmica^{33,50}. Posteriormente, as porosidades da superfície cerâmica são ocupadas pelo agente de união e propicia retenção micromecânica³³. De forma adicional, a sílica exposta, possibilita que aconteça união química entre a superfície cerâmica e o cimento resinoso por meio da silanização, promovida pelo agente de união silano capaz de se unir a materiais inorgânicos e orgânicos^{33,34}. Para tal, a sílica forma uma rede de ligação com grupo silanol, presente em iniciadores bifuncionais do agente silano, se une por uma extremidade à sílica e pela outra à matriz orgânica do cimento resinoso através de ligações siloxanas cruzadas^{34,35,89-92}. Além disso, o silano também influencia positivamente a molhabilidade da cerâmica⁹³.

Apesar da eficiência comprovada, o uso do ácido fluorídrico como pré-condicionante da superfície cerâmica continua sendo discutido na literatura científica, principalmente a correlação entre tempo de exposição e concentração. Em virtude das diferenças estruturais das cerâmicas odontológicas, ainda não há um protocolo único de condicionamento com ácido fluorídrico¹⁸. Geralmente, a concentração de ácido fluorídrico varia entre 2,5 a 10%^{55,94,95} e o tempo de exposição fica entre 20 a 60 segundos^{55,94}. Esses fatores devem ser escolhidos com cuidado para não comprometer as propriedades mecânicas das cerâmicas^{39,83}. Há uma controvérsia sobre o efeito do aumento do tempo de condicionamento e da concentração de ácido fluorídrico, para alguns isso pode afetar negativamente a resistência das cerâmicas vítreas^{36,37,38,40,96}. Por outro lado, outros afirmam que não diminuem de maneira significativa a resistência do material^{32,40,97}. Já pelo aspecto biológico, o ácido fluorídrico pode apresentar potencial tóxico e nocivo para a saúde, quando utilizado por tempo prolongado, mesmo em baixa concentração¹⁸.

Em nosso estudo o tempo de exposição ao ácido fluorídrico a 10% foi padronizado em 60 segundos, uma vez esse tempo de exposição prolongado tem o intuito de promover maior rugosidade e irregularidade na estrutura cerâmica que pode resultar em uma superfície altamente retentiva^{34,96}. Uma vez que utilizamos o mesmo protocolo em diferentes

tipos de cerâmicas que devido sua composição e proporção de matriz vítrea apresentam graus de sensibilidade distintos ao condicionamento ácido. Além disso, as cerâmicas de silicato de lítio reforçado por dióxido de zircônia e zircônia translúcida são materiais relativamente novos e não há consenso na literatura sobre o tempo ideal de aplicação do ácido.

Recentemente, surgiu no mercado o primer cerâmico autocondicionante de passo único, que além de eliminar o pré-condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico e seus possíveis efeitos deletérios, também reduz as etapas e tempo clínico, simplifica a técnica de cimentação e melhorar a eficácia da silanização^{51,52,54,98}. Neste estudo, não foi observada diferença significativa entre a utilização do primer universal ou autocondicionante de passo único, independente do protocolo de tratamento e tipo de cerâmica. Embora o último apresente as vantagens citadas acima, seu mecanismo de ação sobre a cerâmica é semelhante ao protocolo $A_F + P_C$. Esse contém ácido polifluoreto de amônio que causa a dissolução parcial da matriz vítrea, sendo que os grupos hidroxilas livres interagem com o metacrilato de trimetoxipropilo (silano), ou seja, realiza o condicionamento e a silanização da cerâmica em um único passo^{51,52}.

Atualmente, com o objetivo de reduzir o índice de fratura das cerâmicas vítreas convencionais, foi introduzido no mercado uma nova categoria de cerâmicas vítreas reforçadas, a cerâmica à base de silicato de lítio reforçada com 10% de dióxido de zircônia, essa cerâmica é predominantemente composta por matriz vítrea, que a torna sensível ao condicionamento ácido^{9,10}. Os resultados do presente estudo evidenciaram que a inclusão de dióxido de zircônia na matriz vítrea da cerâmica não influenciou no seu processo de adesão. Visto que, com exceção do tratamento com A_F isolado, que mostrou baixo valor de RU_M (Figura 8), todos os outros pré-condicionamentos apresentaram altos valores de RU_M , sem diferença significativa entre eles ($p < 0,05$). Estes resultados comprovaram a eficácia desses tratamentos para obtenção de adesão eficiente, o que pode aumentar as opções do clínico ao cimentar peças

protéticas confeccionadas com cerâmicas de silicato de lítio reforçadas zircônia.

A zircônia convencional é opaca e não deve ser utilizada em regiões de necessidade estética. Para compensar essa deficiência estética, foram desenvolvidas zircônias mais translúcidas, obtidas pela diminuição do tamanho dos grãos da zircônia e aumento na compatibilidade entre os índices de refração dos grãos e da matriz cristalina¹³. Apesar da evolução constante da Odontologia adesiva, a cimentação resinosa adesiva das restaurações de zircônia continua sendo um grande desafio, e não há um consenso do melhor protocolo de adesão entre a zircônia e o dente⁴¹. Dentre os pré-condicionamentos de superfície para zircônia estão: jateamento de óxido de alumínio, silicatização, laser, ácido fluorídrico, monômeros ácido fosfatados em cimentos ou adesivos, primer cerâmicos e a técnica de infiltração seletiva. Esses tratamentos são utilizados isoladamente ou combinados⁹⁹. Não há consenso quanto ao melhor pré-condicionamento superficial para cerâmicas à base de zircônia⁴⁵. A zircônia apresenta alto teor cristalino, fase vítrea limitada, ausência de sílica e é quimicamente inerte^{41,99} por isso, a adesão à zircônia não pode ser obtida por técnicas convencionais de condicionamento ácido e silanização⁴²⁻⁴⁴.

No presente estudo, para os grupos de zircônia translúcida, não houve diferença significativa entre os tratamentos com jateamento + primers (J_T+P_C e J_T+P_A) que obtiveram os maiores valores de RU_M . Esse resultado já era esperado, tendo em vista que o método padrão para condicionamento superficial de cerâmica à base de zircônia consiste no jateamento com partículas de Al_2O_3 (óxido de alumínio) revestidas com sílica (silicatização)⁴². Esse processo gera irregularidades que favorecem a retenção micromecânica, recobre a superfície com sílica, permitindo ligações químicas com o silano ou monômero de MDP contido nos agentes de cimentação (silanização)^{42,43,46}. Contudo, as microfissuras criadas por este tipo de tratamento também podem agir como áreas de iniciação de fratura, causando concentração de tensão e enfraquecendo as resistências mecânicas da cerâmica a longo prazo^{41,47}.

Outra alternativa para melhorar a resistência de união da zircônia ao cimento resinoso é a aplicação de *primes* contendo silano e cimentos resinosos contendo monômero fosfatado 10-MDP (10-metacriloiloxidecil di-hidrogenofosfato), capazes de unir-se aos óxidos metálicos da zircônia e a matriz resinosa dos cimentos^{48,100,101}. Pode-se observar que a utilização do *primer* cerâmico na zircônia produziu bons valores de RU_M . Embora o *primer* cerâmico de passo único seja indicado para o condicionamento das superfícies de cerâmicas a base de sílica, de acordo com os resultados deste estudo, não houve diferença significativa nos valores de RU_M entre o *primer* universal ou passo único. Deve-se ressaltar que quando foram aplicados após a impregnação de sílica na superfície da cerâmica (silicatização) os resultados de RU_M foram superiores. Acreditamos que a combinação de métodos de condicionamento que propiciem retenção micromecânica + união química resultarão em cimentação adesiva mais efetiva e durável, principalmente em cerâmicas com alto teor cristalino.

É de fundamental importância avaliar a resistência da união adesiva entre o material restaurador e agente cimentante ao longo do tempo. Para tal, o armazenamento na água e a termociclagem são frequentemente utilizados para simular *in vitro* o envelhecimento clínico dos materiais, associando os efeitos da degradação hidrolítica (ambiente com 100% de umidade) e estresse térmico (oscilações de temperatura)^{95,102}. Neste estudo os espécimes foram armazenados em água por 24 horas (inicial) e submetidos a 10.000 ciclos térmicos (corresponde a 1 ano de uso clínico⁷⁸⁻⁸¹). Em todos os outros grupos ocorreu diminuição dos valores de RU_M após termociclagem, com diferença significativa na maior parte dos grupos, exceto para feldspática condicionada com J_T+P_C e J_T+P_A ; para zircônia condicionada com P_A e para silicato reforçada condicionada com J_T+P_A . Rejeitando-se assim a terceira hipótese nula do estudo.

O armazenamento em água e a termociclagem geram estresse significativo na interface de cimentação, diminuem a força de ligação adesiva e influenciam negativamente na adesão¹⁰². Provavelmente a água se infiltra e atua como plastificante na matriz polimérica do cimento resino,

que resulta na redução das forças de união entre as cadeias poliméricas^{29,103,104}. Adicionalmente, a termociclagem com suas rápidas mudanças de temperatura em meio úmido causa tensões repetitivas de contração e expansão no conjunto dente/cimento/cerâmica¹⁰³.

A qualidade da adesão não deve ser avaliada apenas com base nos dados de resistência de união. O padrão de fratura também fornece informações importantes sobre qualidade da adesão (Della Bona et al., 2003). Quanto ao padrão de fratura, pode-se observar que em todos os grupos houve predominância de falhas adesivas (superior a 70%), independente da termociclagem.

Deve-se ressaltar que o delineamento deste estudo *in vitro* têm limitações, dificultando a comparação dos resultados com outros estudos, tais como: embora não tenha indicação clínica, na análise topográfica estrutural não há o grupo sem pré-condicionamento; outras análises de superfícies como microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica são necessárias para visualizar a morfologia superficial após os pré-condicionamentos, bem como a espectroscopia por dispersão de energia para identificação dos microconstituintes químicos superficiais. Uma vez que avaliamos cerâmicas de classes diferentes, que se comportam de maneira distinta para cada tratamento, deve-se concluir especificamente sobre o melhor tratamento de superfície para cada material. Apesar dos resultados promissores de resistência de união do condicionamento com ácido fluorídrico a 10 % por 60 segundos e dos protocolos de jateamento combinado com primer (universal ou passo único), são necessário novos estudos para verificar se a degradação superficial provocada por esses tratamentos diminui a resistência mecânica do material, principalmente nas cerâmicas vítreas. As cerâmicas foram cimentadas sobre um bloco de resina composta, diferente do que acontece clinicamente. Assim, a força de união à dentina deve ser avaliada em estudos futuros, assim como a análise da sobrevida dos tratamentos sob um envelhecimento acelerado. São necessários mais estudos para comprovar que o uso de primer cerâmico

autocondicionante de passo único poderia ser uma alternativa eficiente ao uso de ácido fluorídrico e silano.

Embora não exista o protocolo ideal de pré-condicionamento para cada tipo de cerâmica disponível no mercado, acreditamos que para cerâmica feldspática o pré-condicionamento pelo primer cerâmico de passo único mostrou-se eficaz nos valores de resistência de união obtidos, além disso, apresenta protocolo de uso simples e rápido para o clínico. Já a cerâmica de silicato reforçada por zircônia mostrou ótimos resultados de resistência de união em todos os pré-condicionamentos. A zircônia continua tendo melhores valores de adesão após jateamento com Al_2O_3 revestida por SiO_2 , no entanto, a evolução constante dos primers cerâmicos têm consigo aumentar os valores de adesão sobre a superfície da zircônia, considerada quimicamente inerte, de forma significativa.



Conclusão

6 CONCLUSÕES

Apesar das limitações deste estudo, pode-se concluir que:

Topografia estrutural

Os pré-condicionamentos de superfície influenciaram na topografia estrutural de todas as cerâmicas.

- Rugosidade superficial (R_a) - Os pré-condicionamentos de superfície que usaram a combinação com jateamento apresentaram maiores valores de R_a em todos os tipos de cerâmicas avaliadas;
- Energia livre de superfície (ELS) - Cada cerâmica apresentou maior ELS após pré-condicionamento de superfície específico;
 - Feldspática (F) - O tratamento com primer cerâmico autocondicionante de passo único (PA) e o tratamento com jateamento com Al_2O_3 revestida por SiO_2 + primer cerâmico universal (J_T+P_C);
 - Silicato de lítio reforçado por zircônia (S) - Ácido fluorídrico 10% + primer cerâmico universal (A_F+P_C);
 - Zircônia de média translucidez (Z) - Foram ambas as combinações com jateamento;
 - O tratamento J_T+P_C , apresentou maiores valores de R_a e ELS na cerâmica feldspática e na zircônia de média translucidez;
- Microdureza (KHN) - Apenas na zircônia de média translucidez houve aumento da KHN após jateamentos (J_T+P_C e J_T+P_A).

Resistencia de união

Os pré-condicionamentos de superfície e os tipos de cerâmicas influenciaram nos valores de resistência de união por microtração (RU_M).

- F - Apesar dos grupos tratados com jateamento e primers (JT+P_C e JT+PA) apresentaram maiores valores de resistência de união, deve-se considerar os possíveis efeitos deletérios do jateamento na resistência mecânica da cerâmica feldspática;
- S - Todos os pré-condicionamentos apresentaram altos valores de RU_M, o que pode aumentar as opções do clínico ao cimentar peças protéticas confeccionadas com cerâmicas de silicato de lítio reforçadas zircônia;
- Z - A combinação de métodos de condicionamento que propiciem retenção micromecânica + união química, resultaram em maior resistência de união;
- O primer autocondicionante de passo único pode ser uma alternativa viável ao uso de ácido fluorídrico + silano universal na cerâmica feldspática e, ao jateamento + primer universal na cerâmica reforçada e na zircônia;
- A termociclagem influenciou negativamente em todos grupos, com exceção da cerâmica de silicato de lítio reforçada com zircônia condicionada com J_T+P_C;
- Quanto ao padrão de fratura, pode-se observar que em todos os grupos houve predominância de falhas adesivas (superior a 70%), independente da termociclagem.



Referências

REFERÊNCIAS

1. Fraga S, Amaral M, Bottino MA, Valandro LF, Kleverlaan CJ, May LG. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics. *Dent. Mater. J.* 2017 Nov;33(11):1286–97.
2. Preis V, Grumser K, Schneider-Feyrer S, Behr M, Rosentritt M. Cycle-dependent in vitro wear performance of dental ceramics after clinical surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;53:49–58.
3. Mohammadibassir M, Rezvani MB, Golzari H, Moravej Salehi E, Fahimi MA, et al. Effect of Two Polishing Systems on Surface Roughness, Topography, and Flexural Strength of a Monolithic Lithium Disilicate Ceramic. *J Prosthodont.* 2017;28(1):e172-e180.
4. Yuan JC-C, Barao VAR, Wee AG, Alfaro MF, Afshari FS, Sukotjo C. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramic restorations. *J Prosthet Dent.* 2018;119(6):1000-6.
5. Chavali R, Nejat AH, Lawson NC. Machinability of CAD-CAM materials. *J Prosthet Dent.* 2017;118(2):194-9.
6. Vicari CB, Magalhães BDO, Griggs JA, Borba M. Fatigue Behavior of Crystalline-Reinforced Glass-Ceramics. *J Prosthodont.* 2019;28(1):e297-e303.
7. Yenisey M, Dede DÖ, Rona N. Effect of surface treatments on the bond strength between resin cement and differently sintered zirconium-oxide ceramics. *J. Prosthodont. Res.* 2019;60(1):36-46.
8. Collares K, Corrêa MB, Laske M, Kramer E, Reiss B, Moraes RR, et al. A practice-based research network on the survival of ceramic inlay/onlay restorations. *Dent Mater.* 2016;32(5):687-94.
9. da Cunha LF, Mukai E, Hamerschmitt RM, Correr GM. Fabrication of lithium silicate ceramic veneers with a CAD/CAM approach: a clinical report of cleidocranial dysplasia. *J Prosthet Dent.* 2015;113(5):355-9.

10. Krüger S, Deubener J, Ritzberger C, Höland W. Nucleation Kinetics of Lithium Metasilicate in ZrO₂-Bearing Lithium Disilicate Glasses for Dental Application. *Int. J. Appl. Glass Sci.* 2013;4(1):9-19.
11. Srichumpong T, Phokhinchatchanan P, Thongpun N, Chaysuwan D, Suputtamongkol K. Fracture toughness of experimental mica-based glass-ceramics and four commercial glass-ceramics restorative dental materials. *Dent. Mater. J.* 2019;38(3):2018-77.
12. Bergamo ET, Bordin D, Ramalho IS, Lopes AC, Gomes RS, Kaizer M, et al. Zirconia-reinforced lithium silicate crowns: Effect of thickness on survival and failure mode. *Dent. Mater. J.* 2019;35:1007-16.
13. Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int.* 2017;43(14):10999-1005.
14. Ghodsi S, Jafarian Z. A Review on Translucent Zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2018;26(2):62-74.
15. Maluly-Proni AT, Oliveira-Reis B, Jardim VR, Vasconcelos G, Assunção WG, Dos Santos PH. Influence of the Application and Light-Curing of Bonding Adhesives Inside Lithium Disilicate Ceramic Crowns. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2020;28(2):65-74.
16. Sundfeld Neto D, Naves LZ, Costa AR, Correr AB, Consani S, Borges GA, et al. The effect of hydrofluoric acid concentration on the bond strength and morphology of the surface and interface of glass ceramics to a resin cement. *Oper. Dent.* 2015;40(5):470-9.
17. Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, Burrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials *Dent. Mater. J.* 2014 30(7):147-62.
18. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent. Mater. J.* 2003;19(8):725-31.

19. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J. Dent. Res.* 2014;93(4):329-334.
20. Alves LMM, Contreras LPC, Campos TMB, Bottino MA, Valandro LF, de Melo RM. In vitro wear of a zirconium-reinforced lithium silicate ceramic against different restorative materials. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2019;100:103403.
21. Tribst JPM, Anami LC, Özcan M, Bottino MA, Melo RM, Saavedra GSFA. Self-etching primers vs acid conditioning: impact on bond strength between ceramics and resin cement. *Oper. Dent.* 2018;43(4):372-9.
22. Ruales-Carrera E, Cesar PF, Henriques B, Fredel MC, Özcan M, Volpato CA. Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *J Esthet Restor Dent.* 2019;31(4):388-97.
23. Zhao P, Yu P, Xiong Y, Yue L, Arola D, Gao S. Does the bond strength of highly translucent zirconia show a different dependence on the airborne-particle abrasion parameters in comparison to conventional zirconia? *J. Prosthodont. Res.* 2019;64(1):60-70.
24. Kurtulmus-Yilmaz S, Aktore H. Effect of the application of surface treatments before and after sintering on the flexural strength, phase transformation and surface topography of zirconia. *J Dent.* 2018;72:29-38.
25. Lima EL, Vieira Junior WF, Amaral FLBD, Basting RT, Turssi CP, França FMG. Influence of universal adhesive system application strategies on the long-term bond strength to dentin of CAD-CAM restorative materials. *J Adhes Sci Technol.* 2019;33(24):2696-706.
26. Elias AB, Simão RA, Prado M, Cesar PF, dos Santos GB, da Silva EM. Effect of different times of nonthermal argon plasma treatment on the microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. *J Prosthet Dent.* 2019;121(3):485-91.

27. Yavuz T, Ozyilmaz OY, Dilber E, Tobi ES, Kilic HS. Effect of different surface treatments on porcelain-resin bond strength. *J Prosthodont.* 2017;26(5):446-54.
28. Dos Santos DM, da Silva EV, Vechiato-Filho AJ, Cesar PF, Rangel EC, da Cruz NC, et al. Aging effect of atmospheric air on lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent.* 2016;115(6):780-7.
29. Tzanakakis EGC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent,* 2016;115(1): 9-19.
30. Lohbauer U, Scherrer SS, Della Bona A, Tholey M, van Noort R, Vichi A, et al. ADM guidance-Ceramics: all-ceramic multilayer interfaces in dentistry. *Dent. Mater. J.* 2017;33(6):585-98.
31. Lise DP, Perdigao J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear bond strength of resin cements to lithium disilicate substrates as a function of surface preparation. *Oper Dent.* 2015;40(5):524-32.
32. Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO. Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Oper Dent.* 2015;40(4):372-8.
33. Ramakrishnaiah R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlinna JP, Vallittu PK. The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics. *Int J Mol Sci.* 2016;17(6):822.
34. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: a review. *Dent Mater J.* 2017;34(1):13-28.
35. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003;89(3):268-74.
36. Xiaoping L, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. *Dent Mater J.* 2014;30(12):e330-6.

37. Venturini AB, Prochnow C, May LG, Bottino MC, Valandro FL. Influence of hydrofluoric acid concentration on the flexural strength of a feldspathic ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015;48:241-8.
38. Dinato JC, Dinato TR, Sczeapanik FSC. Sistema CAD/CAM – substituindo o processo de cera perdida na prática clínica com maior precisão, resistência e menor custo, *ProteseNews*, 2014:22-36.
39. Menees TS, Lawson NC, Beck PR, Burgess JO. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. *J Prosthet Dent.* 2014;112(5):1164-70.
40. Krishna JV, Kumar VS, Savadi RC. Evolution of metal-free ceramics, *J Indian Prosthodont Soc.* 2009;9(2):70-5.
41. Menani LR, Farhat IA, Tiozzi R, Ribeiro RF, Guastaldi AC. Effect of surface treatment on the bond strenght between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. *J Prosthet Dent* 2014;112(2):357-64.
42. Gowida M, Aboushelib M. Bonding to Zirconia (A Systematic Review). *Open Access J Dent Sci.* 2016 Jun;1(1):1-19.
43. Subaşı MG, İnan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Medical Sci.* 2014 Jan;29(1):19-27.
44. Keshvad A, Hakimaneh SMR. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-based and Y-TZP ceramics using different surface treatments. *J Prosthodont.* 2018 Jan;27(1):67-74.
45. El-Korashy DI, El-Refai DA. Mechanical properties and bonding potential of partially stabilized zirconia treated with different chemomechanical treatments. *J Adhes Dent.* 2014;16(4):365-76.
46. Rebholz-Zaribaf N, Özcan M. Adhesion to zirconia as a function of primers/silane coupling agents, luting cement types, aging and test methods. *J Adhesion Sci Technol.* 2017;31(13):1408-21.
47. Paranhos MP, Burnett LH Jr, Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO2 laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int.* 2011 Jan;42(1):79-89.

48. Samimi P, Hasankhani A, Matinlinna JP, Mirmohammadi H. Effect of Adhesive Resin Type for Bonding to Zirconia Using Two Surface Pretreatments. *J Adhes Dent.* 2015;17(4):353-9.
49. Martins AR, Gotti VB, Shimano MM, Borges GA, Goncalves Lde S. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic with an alternative surface treatment. *Braz Oral Res.* 2015;29(1):1-7.
50. Liu L, Liu S, Song X, Zhu Q, Zhang W. Effect of Nd: YAG laser irradiation on surface properties and bond strength of zirconia ceramics. *Lasers Med Sci* 2015;30(2):627-34.
51. Valencia C, Jesús J, González S, Celeste A. Monobond Etch & Prime, primer acondicionador monocomponente, que permite el grabado y la silanización de las superficies cerámicas en um solo paso. *Revista ADM,* 2018;75(6):358-69.
52. Guimarães HAB, Cardoso PC, Decurcio RA, Monteiro LJE, Almeida LN, Martins WF, et al. Simplified Surface Treatments for Ceramic Cementation: Use of Universal Adhesive and Self-Etching Ceramic Primer. *Int. J. Biomater.* 2018;2018:1-7.
53. Liebermann A, Detzer J, Stawarczyk B. Impact of Recently Developed Universal Adhesives on Tensile Bond Strength to Computer-Aided Design/Manufacturing Ceramics. *Oper Dent.* 2018;44(4), 386-395
54. Chen B, Lu Z, Meng H, Chen Y, Yang L, Zhang H, et al. Effectiveness of pre-silanization in improving bond performance of universal adhesives or self-adhesive resin cements to silicabased ceramics: Chemical and in vitro evidences. *Dent Mater J.* 2019;35(4):543-53.
55. Bottino MA, Snellaert A, Bergoli CD, Özcan M, Bottino MC, Valandro, LF. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. *Oper Dent.* 2015;40(2):E40-E46.
56. British Standards Institution. BS ISO 6872: dentistry e ceramic materials. London: BSI; 2015.
57. Souza RO, Castilho AA, Fernandes VV, Bottino MA, Valandro LF. Durability of microtensile bond to nonetched and etched feldspar ceramic:

self-adhesive resin cements vs conventional resin. *J Adhes Dent*. 2011;13(2):155-62.

58. Arai M, Takagaki T, Takahashi A, Tagami J. The role of functional phosphoric acid ester monomers in the surface treatment of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dent Mater J*. 2017;36:190-4.

59. Prado M, Prochnow C, Marchionatti AME, Baldissara P, Valandro LF, Wandscher VF. Ceramic surface treatment with a single-component primer: resin adhesion to glass ceramics. *J Adhes Dent*. 2018;20(2):99-105.

60. Monteiro JB, Oliani MG, Guilardi LF, Prochnow C, Pereira GKR, Bottino MA, et al. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;77:375-82.

61. Murillo-Gomez F, Palma-Dibb RG, De Goes MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. *Dent Mater J*. 2018;34(6):944-55.

62. Ruales-Carrera E, Cesar PF, Henriques B, Fredel MC, Özcan M, Volpato CA. Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *J Esthet Restor Dent*. 2019;31(4):388-97.

63. Colombo M, Gallo S, Padovan S, Chiesa M, Poggio C, Scribante A. Influence of Different Surface Pretreatments on Shear Bond Strength of an Adhesive Resin Cement to Various Zirconia Ceramics. *Mater. Lett*. 2020;13(3):652.

64. Saleh NE, Guven MC, Yildirim G, Erol F. Effect of different surface treatments and ceramic primers on shear bond strength of self-adhesive resin cement to zirconia ceramic. *Niger. J. Clin. Pract*. 2019;22(3):335.

65. Ahn JS, Yi YA, Lee Y, Seo DG. Shear bond strength of MDP-containing self-adhesive resin cement and Y-TZP ceramics: Effect of phosphate monomer-containing primers. *Biomed Res. Int*. 2015;2015:1-6.

66. Tanış MÇ, Akay C, Akçaboy TC, Şen M, Kavaklı PA, Sapmaz K. In vitro shear bond strength between fluorinated zirconia ceramic and resin cements. *J Adv Prosthodont* . 2018;10(3):205-210.
67. International Organization for Standardization. Standard, I. ISO 4049 polymer based filling, restorative and luting materials. International Organization for Standardization. 2000;1:27.
68. Altinci P, Mutluay M, Tezvergil-Mutluay A. Repair bond strength of nanohybrid composite resins with a universal adhesive *Acta Biomater. Odontol. Scand*. 2018;4(1):10-9.
69. Carrabba M, Vichi A, Louca C, Ferrari M. Comparison of traditional and simplified methods for repairing CAD/CAM feldspathic ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2017;9(4):257-64.
70. Van der Mei HC, White DJ, Kamminga-Rasker HJ, Knight J, Baig AA, Smit J, Busscher HJ. Influence of dentifrices and dietary components in saliva on wettability of pellicle-coated enamel in vitro and in vivo. *Eur J Oral Sci*. 2002;110:434-8.
71. Harnett EM, Alderman J, Wood T. The surface energy of various biomaterials coated with adhesion molecules used in cell culture. *Coll Surf B: Biointerfaces*. 2007;55:90-7.
72. Oliveira-Junior OB, Buso L, Fujiy FH, Lombardo GHL, Campos F, Sarmiento HR, et al. Influence of polishing procedures on the surface roughness of dental ceramics made by different techniques. *Gen Dent*. 2013;61(1):e4-8.
73. Elias AF, Lopes HP. *Materiais dentários: ensaios mecânicos*. São Paulo: ed. Santos; 2007.
74. Dentistry — Testing of Adhesion to Tooth Structure. ISO 11405. 2015.
75. Ansari S, Jahedmanesh N, Cascione D, Zafarnia P, Shah KC, Wu BM, et al. Effects of an etching solution on the adhesive properties and surface microhardness of zirconia dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2018;120(3):447-53.
76. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: Adhesion methods and their durability *Dent Mater J*. 1998;14(1):64-71.

77. Strasser T, Preis V, Behr M, Rosentritt M. Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment. *Clin. Oral Investig.* 2018; 22(8):2787-97.
78. Tribst JPM, Dal Piva AMDO, Lopes GC, Borges ALS, Bottino MA, Özcan M, et al. Biaxial flexural strength and Weibull characteristics of adhesively luted hybrid and reinforced CAD/CAM materials to dentin: effect of self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching. *J Adhes Sci Technol.* 2020; 34(12):1253-68.
79. Blackburn C, Rask H, Awada A. Mechanical properties of resin-ceramic CAD-CAM materials after accelerated aging. *J Prosthet Dent.* 2018;119(6):954-58.
80. Blumer L, Schmidli F, Weiger R, Fischer J. A systematic approach to standardize artificial aging of resin composite cements. *Dent Mater J.* 2015;31(7):855-63.
81. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27:89–99.
82. Rojpaibool T, Leevailoj C. Fracture resistance of lithium disilicate ceramics bonded to enamel or dentin using different resin cement types and film thicknesses. *J Prosthodont.* 2015;26(2):141-9.
83. Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater J.* 2004;20(4):338-44.
84. de Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Det Mater J.* 2009;25(2): 172-9.
85. Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dent Mater J.* 2016;32(7):908-14.
86. Ghorbal GB, Tricoteaux A, Thuault A, Louis G, Chicot D. Comparison of conventional Knoop and Vickers hardness of ceramic materials. *J Eur Ceram Soc.* 2017;37(6):2531-5.
87. Behr M, Zeman F, Baitinger T, Galler J, Koller M, Handel G, Rosentritt M. The clinical performance of porcelain-fused-to-metal precious alloy

single crowns: chipping, recurrent caries, periodontitis, and loss of retention. *Int J Prosthodont.* 2014;27(2):153-60.

88. Rüttermann S, Braun A, Janda R. Shear bond strength and fracture analysis of human vs. bovine teeth. *PLoS One.* 2013;8(3): e59181.

89. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent.* 2008;10(4):251-8.

90. Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent.* 2000;13:60D-76D.

91. Dibenedetto AT. Tailoring of interfaces in glass fiber reinforced polymer composites: a review. *Mat Sci Eng A-Struct.* 2001;302(1): 74-82.

92. Da Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. *J Prosthet Dent.* 2014;112:568-75.

93. Sattabanasuk V, Charnchairerk P, Punsukumtana L, Burrow MF. Effects of mechanical and chemical surface treatments on the resin-glass ceramic adhesion properties. *J Investig Clin Dent.* 2017;8(3): e12220.

94. Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am.* 2011;55(2):311-32e.

95. 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;26(1):53-8.

96. Hooshmand T, Parvizi S, Keshyad A. Effect of surface acidetching on the biaxial flexural strength of two hot pressed glass ceramics. *J Prosthodont.* 2008;17:415-9.

97. Puppini-Rontani J, Sundfeld D, Costa AR, Correr AB, Puppini-Rontani RM, Borges GA, et al. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching time on bond strength to lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent.* 2017;42(6):606-15.

98. Lanza FJSR, Manso AP, Matinlinna JP, Carvalho RM. Innovative surface treatments for improved ceramic bonding: Lithium disilicate glass ceramic. *Int J Adhes Adhes*. 2018;82:60-6.
99. Franz A, Raabe M, Lilaj B, Dauti R, Moritz A, MüBig D, et al. Effect of two different primers on the shear bond strength of metallic brackets to zirconia ceramic. *BMC Oral Health*. 2019;19(1):51.
100. Shin YJ, Shin Y, Yi YA, Kim J, Lee IB, Cho BH, et al. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning*. 2014;36(5):479-86.
101. Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent*. 2015;113(3):212-9.
102. de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010;93(2):318-23.
103. Gomes AL, Ramos JC, Santos-del Riego S, Montero J, Albaladejo A. Thermocycling effect on microshear bond strength to zirconia ceramic using Er:YAG and tribochemical silica coating as surface conditioning. *Lasers Med Sci*. 2015;30(2):787-95.
104. Marocho SM, Ozcan M, Amaral R, Bottino MA, Valandro LF. Effect of resin cement type on the microtensile bond strength to lithium disilicate ceramic and dentin using different test assemblies. *J Adhes Dent*. 2013;15(4):361-8.



Anexo

ANEXO

Normas do International Journal of Adhesion and Adhesives (ISSN: 0143-7496):

<https://www.elsevier.com/journals/international-journal-of-adhesion-and-adhesives/0143-7496/guide-for-authors>

- *Cite Score*: 4.8
- Fator de impacto: 2.501