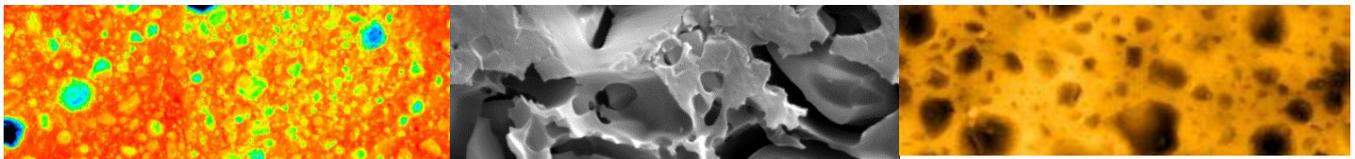


DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

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



GLÍVIA QUEIROZ LIMA

ARAÇATUBA

- 2019 -

GLÍVIA QUEIROZ LIMA

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

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

Orientador: Professor Associado Paulo Henrique dos Santos

Coorientadora: Professora Doutora Juliana Aparecida Delben

Araçatuba- SP

2019

Catalogação na Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

Lima, Glívia Queiroz.

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

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

Orientador: Prof. Paulo Henrique dos Santos

Coorientadora: Profa. Juliana Aparecida Delben

1. Cerâmica dentária 2. Rugosidade 3. Ácido fluorídrico

I. Título

Black D2

CDD 617.6

Dedicatória

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

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

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

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

Agradecimento especiais

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Agradecimentos

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Epígrafe

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

Paulo Freire

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

RESUMO

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

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

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

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

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

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

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

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

ABSTRACT

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

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

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

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

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

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

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

LISTA DE FIGURAS

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

LISTA DE TABELAS

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

LISTA DE QUADROS

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

LISTA DE ABREVIações

ANOVA = Análise de Variância

AFM = Microscopia de Força Atômica

Bis-EMA = Bisfenol A dimetacrilato etoxilado

Bis-GMA = Bisfenol A glicidil dimetacrilato

°C = Grau Celsius

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

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

CD = Celtra Duo

CNPEM = Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais

CT = Connecticut

Corp. = Corporation (corporação)

EUA = Estados Unidos da América

F = Força

FOA = Faculdade de Odontologia de Araçatuba

AHF = Ácido fluorídrico

HT = High Translucency (Alta translucidez)

LU = Lava Ultimate

LED = Light Emitting Diode (Diodo emissor de luz)

LSCM = Laser Scanning Confocal Microscope

MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura

m = metros

mm² = Milímetros quadrados

Mpa = MegaPascal

N = Newton

PVC = Policloreto de Vinila

PR = Paraná

Prof. = Professor

Profa. = Professora

Ra = Desvio médio aritmético do perfil avaliado

Rz = Altura máxima do perfil

Ru = Resistência de união

SC = Santa Catarina

SEM = Scanning Eletronic Microscope (Microscópio Eletrônico de Varredura)

SP = São Paulo

Seg. = Segundos

T = Translucency (Translucidez)

TEGDMA = Dimetacrilato de Trietileno Glicol

Tit. = Titular

UNESP = Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

UDMA = Uretano Dimetacrilato

VE = Vita Enamic

μL = micro Litro

μN = micro Newton

μM = micro metro

3D = Tridimensão

ΔG_{sws} = Energia livre total de interação entre a superfície e água

γ^{LW} = Componente dispersivo de energia de superfície

γ^{AB} = Componente ácido-base de energia de superfície

γ^{Total} = Total de energia de superfície de material

γ_s = Energia livre de superfície

s = Referência para sólido

L = Referência para líquido

w = Referência para água

SUMÁRIO

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

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

Running Title

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

Authors:

1- DDS, MS Glívia Queiroz Lima

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

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

2- DDS, MS, PhD Ana Tereza Maluly Proni

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

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

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

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

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

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

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

5- PhD Juliana Aparecida Delben

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

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

6- PhD Paulo Henrique dos Santos

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

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

Corresponding author:

Prof. Ass. Paulo Henrique dos Santos

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

Department of Dental Materials and Prosthodontics.

R. José Bonifácio, 1193

Vila Mendonça

16015-050 - Aracatuba, SP - Brasil

Fone: +55 (18) 36362802

E-mail: paulo.santos@unesp.br

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

INTRODUÇÃO

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

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

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

resina altamente reticulada. A combinação de nanopartículas de sílica e zircônia com nanoaglomerados de zircônia-sílica reduz o espaço entre as partículas de carga.^{6,7} A parte inorgânica constitui aproximadamente 80% do material (69% de SiO₂, 31% de ZrO₂), enquanto que a parte orgânica (UDMA e Bis-EMA) constitui cerca de 20% do material.^{6,7}

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

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

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

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

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

MATERIAIS E MÉTODO

Delineamento experimental

Neste projeto, dois fatores foram estudados para caracterização de superfície e resistência de união: material restaurador em três níveis (resina nanocerâmica, monossilicato de lítio reforçado por zircônia e cerâmica híbrida), e aplicação do ácido fluorídrico em nove níveis (controle, 5% aplicados durante 20 segundos; 5% aplicados durante 40 segundos, 5% aplicados durante 60 segundos, 5% aplicados durante 90 segundos, 10% aplicados durante 20 segundos, 10% aplicados durante 40 segundos, 10% aplicados durante 60 segundos e 10% aplicados durante 90 segundos). As variáveis resposta foram: rugosidade de superfície Ra e Rz mensuradas em microscopia confocal a laser, ângulo de contato, energia de superfície e energia livre total de interação (ΔG) analisados em goniômetro e resistência de união destes materiais ao cimento resinoso pelo teste de microcisalhamento. A morfologia de superfície foi avaliada em microscopia confocal a laser, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM). Os três princípios básicos da experimentação científica foram respeitados: repetição, aleatorização e blocagem. Os dados de rugosidade de superfície Ra e Rz, ângulo de contato, energia de superfície, energia livre total de interação (ΔG) e resistência de união foram submetidos a testes estatísticos de normalidade e testes específicos para verificação da significância entre as médias.

Quadro 1: Descrição dos materiais utilizados, nome, marca comercial, cor, composição e lote.

Material	Composição	Lote
Resina nanocerâmica Lava Ultimate (3M ESPE) Cor A1 HT	69% SiO ₂ , 31% ZrO ₂ 20% de Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA e TEGDMA	N822908
Cerâmica híbrida Vita Enamic (Vita Zahnfabrik) Cor 2M2 T	58–63% SiO ₂ , 20–23% Al ₂ O ₃ , 9–11% Na ₂ O, 4–6% K ₂ O, 0.1% ZrO ₂ 14% de UDMA e TEGDMA	43000
Cerâmica monossilicato de lítio reforçada por zircônia Celtra Duo (Dentsply) Cor A1 HT	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.	18018772
Ácido Fluorídrico Condac porcelana 10% e 5%	Ácido Fluorídrico 5 ou 10%, água, espessante, tensoativo e corante	5% 050318 10% 010616

Preparo das amostras

Noventa amostras nas medidas de 4x4x0,8mm foram confeccionados de cada um dos três diferentes materiais estudados: resina nanocerâmica (Lava Ultimate, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha), monossilicato de lítio reforçado por zircônia (Celtra Duo, Dentsply Sirona, York, EUA) e cerâmica híbrida (Vita Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). A descrição completa dos materiais está apresentada no Quadro 1. As amostras foram obtidas a partir de cortes de blocos CAD de cada material, em máquina

de corte IsoMet™ 5000 LC Diamond (Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) com refrigeração constante.

As amostras foram polidas com lixas de granulação #600 #800 #1200 (Extec Corp., Enfield, CT, EUA), limpas em cuba ultrassônica por 8 minutos entre cada lixa e ao final (Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) com água destilada e divididas em 9 grupos experimentais de acordo com o condicionamento de superfície realizado (n=10).

Grupo Controle: Não foi realizado nenhum condicionamento na superfície dos materiais.

Grupo 5% por 20 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 5% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 20 segundos. Em seguida, foi aplicado jato de ar/água para remoção dos resíduos resultantes do condicionamento ácido e secas com jatos de ar.

Grupo 5% por 40 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 5% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 40 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Grupo 5% por 60 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 5% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 60 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Grupo 5% por 90 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 5% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 90 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Grupo 10% por 20 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 20 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Grupo 10% por 40 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 40 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Grupo 10% por 60 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 60 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Grupo 10% por 90 segundos: A superfície dos materiais foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por um período de 90 segundos, seguido pelo mesmo protocolo de limpeza com jato de ar/água.

Análise do Ângulo de Contato, Energia de superfície e Energia livre total de interação (ΔG)

Seis amostras por grupo experimental foram analisadas nestes testes. A energia livre de superfície (γ_s) da superfície dos materiais e seu componente apolar (γ^{LW} : Lifshitz van der Waals) e polar (γ^{AB} : ácido/base) foram determinados pelas medidas de ângulo de contato imediatamente após a realização do condicionamento dos materiais. As medições foram realizadas através de um goniômetro automático (DSA 100S, Krüss, Hamburg, Germany), utilizando três líquidos sondas com os parâmetros de energia de superfície conhecidos: água (polar), diodometano (apolar) e etilenoglicol (polar com componente ácido e base).

Para a determinação do ângulo de contato, os materiais tratados foram mantidos em ambiente a 22°C por 45 minutos para obter estabilidade da película formada. A seguir, um volume de 0,3 μL de cada líquido foi dispensado automaticamente em diferente quadrante da superfície de cada bloco utilizando uma seringa de vidro (500 μL) e uma agulha com calibre de 0,5 mm. Após 1 segundo do gotejamento, os ângulos de contato

(direito e esquerdo) foram medidos utilizando uma câmera CCD para captura das imagens e o método da tangente (Drop Shape Analysis DSA4 Software, version 2.0-01, Krüss). Cada gota foi medida 5 vezes durante 5 segundos. Os parâmetros de γ^{LW} e γ^{AB} e os componentes ácido (γ^+ , componente receptor) e base (γ^- , componente doador) da energia livre de superfície (mN/m), foram calculados de acordo com o modelo de van Oss, Chaudhery e Good para determinação da energia livre de interação dos substratos.^{17,18,19}

Fórmula energia livre de superfície (γ_s):

$$(1 + \cos\theta) \gamma_s = -2(\sqrt{\gamma_s^{LW}} - \sqrt{\gamma_L^{LW}}) + (\sqrt{\gamma_s^+ \gamma_L^-} + \sqrt{\gamma_s^- \gamma_L^+})$$

A energia livre total de interação (ΔG_{sws}^{Total}) entre água e cerâmica também foi calculada para determinar a hidrofobicidade / hidrofiliicidade da superfície de cerâmica. Quando $\Delta G_{sws} > 0$, a superfície foi considerada hidrofílica, e se $\Delta G_{sws} < 0$, a superfície foi considerada hidrofóbica.

Fórmula de energia livre total de interação (ΔG):

$$\Delta G_{sws}^{Total} = -2(\sqrt{\gamma_s^{LW}} - \sqrt{\gamma_w^{LW}})^2 - 4(\sqrt{\gamma_s^+ \gamma_s^-} + \sqrt{\gamma_w^+ \gamma_w^-} - \sqrt{\gamma_s^+ \gamma_w^-} - \sqrt{\gamma_s^- \gamma_w^+})$$

Análise da rugosidade e morfologia de superfície em microscópio confocal de varredura a laser 3D

As imagens e os parâmetros de rugosidade de superfície Ra e Rz foram obtidos através do microscópio confocal de varredura a laser (LSCM) (modelo 3D VK X200, Keyence, Osaka, Japão). O mesmo detecta as informações de altura com base na intensidade de luz refletida da amostra. A lente realiza uma varredura do eixo z e, ao mesmo tempo, o software armazena os dados para recriar a imagem 3D e calcula os valores da rugosidade de superfície (Ra e Rz). A lente objetiva (modelo Nikon 150x/0.95-OFN25WD 0.2, Nikon, Miato, Tóqui, Japão) é então acionada na direção do eixo Z e o

processo de varredura é repetido para obter a intensidade da luz refletida na posição do eixo Z de cada ponto. O sistema grava as informações de altura e reflete a intensidade da luz assumindo que a posição do ponto focal do eixo Z está localizada onde a intensidade da luz refletida é mais alta. Com este método, uma imagem de intensidade de luz totalmente focalizada com informações de altura que foram capturadas. Três leituras foram feitas sobre cada superfície em diferentes posições, e a média foi calculada (n=6).

Análise da morfologia de superfície em microscopia eletrônica de varredura

A microestrutura superficial dos materiais foi avaliada por imagens obtidas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), através da utilização de um microscópio eletrônico Jeol (JMS-6010, Los Angeles, EUA).

Para tanto, as amostras foram recobertas com um filme de ouro-paládio para evitar carregamento das superfícies pelo acúmulo de elétrons, depositados por *sputtering* com feixes de energias de 3 a 10 keV (40 mA, 60 s), utilizando-se de uma metalizadora a vácuo Denton Vacuum (DESK V, Nova Jersey, EUA). Para análise morfológica da superfície foi escolhido um local e micrografia com magnificação da ordem de 10.000x para obter as áreas mais representativas (n= 2).

Análise da morfologia da superfície em microscopia de força atômica

A análise da superfície dos materiais em 3D também foi realizada utilizando a microscopia de força atômica. Para tanto, foi utilizado o microscópio de força atômica modelo NanoSurf Flex (Nanosurf GmbH, Langen, Alemanha). O instrumento tem um estágio de varredura 100 x 100 µm e 24-bit eletrônico para conversão analógica/digital. Varreduras de 5 x 5 µm foram realizadas no modo não contato, mediante a frequência de

300KHz. Para a análise das imagens foi utilizado o software Gwyddion Czech (Metrology Institute) (n= 2).

Análise da Resistência de União (Microcislhamento).

Para o ensaio de resistência de união, os materiais restauradores foram incluídos em resina acrílica (Aerojet, Santo Amaro, SP, Brasil) em cilindros de PVC para encaixar no dispositivo do teste (n=6). Em seguida, foi realizado polimento com lixas de granulação #600 #800 #1200 (Extec Corp., Enfield, CT, EUA), limpas em cuba ultrassônica por 8 minutos entre cada lixa e no final (Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) com água destilada. Os protocolos de condicionamento com ácido fluorídrico descritos acima foram realizados e então aplicado o silano Monobond N (Ivoclar Vivadent AG, Shaan, Liechtenstein) na superfície da cerâmica de forma ativa por 1 minuto.

Os cilindros de cimento resinoso para o teste de microcislhamento foram realizados por meio de uma matriz de silicone de condensação fluido previamente confeccionados que apresentavam dois orifícios de diâmetro interno e altura de aproximadamente 1mm, cada. A matriz de silicone foi fixada sobre a superfície do material restaurador com auxílio de uma cola à base de cianoacrilato (Super Bonder Flex Gel, Loctite, Itapevi, SP, Brasil) e seus orifícios preenchidos com o cimento resinoso Variolink Esthetic LC, cor Warm (Ivoclar Vivadent AG, Shaan, Liechtenstein) com auxílio de uma sonda exploradora. Em seguida, foram fotoativados por 20 segundos com o fotopolimerizador LED polywave Valo (Ultradent, South Jordan, UT, EUA) com intensidade de luz de 1000mW/cm². A matriz de silicone foi removida com auxílio de uma lâmina de bisturi de maneira cuidadosa e então realizada mais uma fotoativação por 20 segundos. Dois cilindros foram confeccionados em cada bloco cerâmico com

espaçamento de 1 mm entre eles. As amostras foram então armazenadas em estufa a 37°C (modelo ECB-2. Adamo, Piracicaba, SP, Brasil) por 24 horas antes da realização do ensaio mecânico.

Para o ensaio de microcislamento, as amostras foram fixadas no dispositivo metálico do equipamento de ensaio mecânico (OM100, Odeme Dental Research, Luzerna, SC, Brasil). Um fio ortodôntico de 0,2 mm de diâmetro (NiCr, Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) foi selecionado para aplicar a tensão aos cilindros. O equipamento foi ajustado à velocidade de 0.7mm por minuto para avaliação da resistência de união. Os valores de resistência de união foram obtidos em MPa por meio da fórmula:

$$R_u = (F/A)$$

Onde R_u = resistência de união, F = força necessária para fraturar o espécime (N), A = área da interface de união em mm^2 .

Análises Estatísticas

Os dados de rugosidade de superfície R_a e R_z , ângulo de contato, energia de superfície, energia total livre de interação (ΔG) e resistência de união foram submetidos a testes estatísticos de normalidade (Shapiro-Wilk; Programa Bioestat 2.0) e posteriormente submetidos à ANOVA dois fatores. Após a aplicação da ANOVA, o pós-teste de Tukey foi utilizado para comparação entre as médias ($\alpha= 0,05$). O programa estatístico utilizado foi o StatView versão 5.0.1.

RESULTADOS

A Tabela 1 ilustra os valores de rugosidade de superfície Ra mensuradas em microscopia óptica confocal a laser 3D. O material Vita Enamic apresentou maiores valores de rugosidade Ra, com diferença estatisticamente significativa para os materiais Celtra Duo e Lava Ultimate ($p < 0,05$), em todos os tratamentos de superfície realizados. Não houve diferença estatisticamente significativa entre Celtra Duo e Lava Ultimate ($p > 0,05$), à exceção do grupo condicionado com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos, no qual o material Lava Ultimate apresentou menor valor de rugosidade Ra ($0,087 \pm 0,012 \mu\text{m}$) com diferença estatisticamente significativa para os demais materiais ($p < 0,0001$).

Na comparação entre os diferentes tratamentos para cada material (Tabela 1), para o Celtra Duo, o grupo controle apresentou o menor valor de rugosidade de superfície Ra ($0,02 \pm 0,00 \mu\text{m}$), com diferença estatisticamente significativa para todos os outros grupos ($p < 0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre todos os outros condicionamentos de superfície ($p > 0,05$). Para os materiais Lava Ultimate e Vita Enamic (Tabela 1), os grupos com tratamento de ácido fluorídrico a 10% por 40, 60 e 90 segundos apresentaram maiores valores de rugosidade de superfície Ra, sem diferença estatisticamente significativa entre si ($p > 0,05$). O menor valor de rugosidade foi encontrado para os grupos controle, em ambos materiais, com diferença estatisticamente significativa para os demais grupos ($p < 0,05$). Houve tendência de aumento nos valores de rugosidade, conforme maior o tempo de aplicação, dentro de cada concentração do ácido utilizado.

A Tabela 2 apresenta os valores de rugosidade de superfície Rz mensuradas em microscopia óptica confocal a laser 3D. O material Vita Enamic apresentou maiores

valores de rugosidade Rz, com diferença estatisticamente significativa para os materiais Celtra Duo e Lava Ultimate ($p < 0,05$), à exceção do grupo controle, onde não houve diferença estatisticamente significativa entre o Vita Enamic ($1,218 \pm 0,181 \mu\text{m}$) e o Celtra Duo ($1,125 \pm 0,426 \mu\text{m}$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre Celtra Duo e Lava Ultimate ($p > 0,05$), à exceção dos grupos controle e condicionado com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos, no qual o material Lava Ultimate apresentou menor valor de rugosidade Rz com diferença estatisticamente significativa para o Celtra Duo ($p < 0,0001$).

Na comparação entre os diferentes tratamentos para cada material (Tabela 2), para o Celtra Duo, o grupo controle apresentou o menor valor de rugosidade de superfície Rz ($1,125 \pm 0,426 \mu\text{m}$), com diferença estatisticamente significativa para todos os outros grupos ($p < 0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre todos os outros condicionamentos de superfície ($p > 0,05$). Para o grupo Lava Ultimate, o grupo condicionado com ácido fluorídrico 10% durante 90 segundos apresentou o maior valor de rugosidade Rz ($3,267 \pm 0,330 \mu\text{m}$), com diferença estatisticamente significativa para os demais tratamentos ($p < 0,05$). Para este material, não houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos realizados com ácido fluorídrico 5% a partir do tempo de 60 segundos até a concentração de 10% aplicados durante 60 segundos ($p > 0,05$). Para o Vita Enamic (Tabela 2), os grupos com tratamento de ácido fluorídrico a 10% por 40 ($9,967 \pm 2,012 \mu\text{m}$), 10% por 60 segundos ($10,90 \pm 1,198 \mu\text{m}$), 10% por 90 segundos ($11,053 \pm 3,084 \mu\text{m}$), ácido fluorídrico 5% por 60 segundos ($8,138 \pm 1,541 \mu\text{m}$) e 5% por 90 segundos ($7,995 \pm 1,624 \mu\text{m}$), apresentaram maiores valores de rugosidade de superfície Rz, sem diferença estatisticamente significativa entre si ($p > 0,05$). O menor valor de rugosidade Rz foi encontrado para os grupos controle ($1,218 \pm 0,181 \mu\text{m}$) e condicionado com ácido fluorídrico 5% durante 20 segundos ($3,8 \pm 0,513 \mu\text{m}$), sem

diferença estatisticamente significativa entre eles ($p>0,05$). Houve tendência de aumento nos valores de rugosidade, conforme maior o tempo de aplicação, dentro de cada concentração do ácido utilizado.

Os valores do ângulo de contato da água (θ) dos diferentes materiais submetidos aos condicionamentos de superfície estão apresentados na Tabela 3. O material Lava Ultimate e o Vita Enamic apresentaram maiores valores de ângulo de contato em relação ao Celtra Duo em todos os tratamentos realizados ($p<0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre o Lava Ultimate e o Vita Enamic nos grupos controle, condicionados com ácido fluorídrico por 5% durante 20 segundos, condicionados por 5% durante 40 segundos, condicionados por 10% durante 40 segundos e condicionados por 10% durante 90 segundos ($p<0,05$). Nos grupos tratados com ácido fluorídrico 5% por 60 ou 90 segundos e 10% por 20 segundos, o Lava Ultimate apresentou maiores valores de ângulo de contato em relação ao Vita Enamic ($p<0,05$). O Vita Enamic apresentou maiores valores de ângulo de contato (θ) em relação aos demais materiais, no grupo que recebeu condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 60 segundos ($\theta 101,82 \pm 2,90$) ($p<0,0001$).

Na comparação entre os tratamentos, para o material Celtra Duo, todos os tratamentos realizados diminuíram o ângulo de contato em relação ao grupo controle ($\theta 46,20 \pm 5,38$) ($p<0,05$), à exceção do tratamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos ($\theta 40,93 \pm 7,08$) ($p>0,05$). Os menores valores de ângulo de contato foram obtidos a partir do condicionamento com ácido fluorídrico 5% durante 40 segundos até a concentração de 10% durante 60 segundos, sem diferença significativa entre os valores encontrados ($p>0,05$). Para o material Lava Ultimate não houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos realizados ($p>0,05$). Para o material Vita Enamic, o tratamento realizado com ácido fluorídrico 5% por 90 segundos ($\theta 71,10$

$\pm 1,63$) ou 5% por 60 segundos ($\theta 76,33 \pm 3,47$) apresentaram os menores valores de ângulo de contato, sem diferença estatisticamente significativa entre si ($p>0,05$). Os maiores valores de ângulo de contato foram encontrados para os grupos controle e tratados com ácido fluorídrico 10% por 40, 60 ou 90 segundos, sem diferença entre si ($p>0,05$).

A Tabela 4 ilustra os valores energia de superfície (γ_s - mN/m), dos diferentes materiais em função do condicionamento de superfície. O material Celtra Duo apresentou, de maneira geral, maiores valores de energia de superfície, à exceção do condicionamento com ácido fluorídrico 10% durante 60 segundos e 90 segundos, onde o Vita Enamic apresentou os maiores valores ($p<0,05$). Nos grupos condicionados com ácido fluorídrico 5% por 40 e 90 segundos e quando o condicionamento a 10% foi realizado por 20 e 40 segundos, não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais ($p>0,05$).

Na comparação dos valores de energia de superfície (γ_s - mN/m) entre os tratamentos para cada material (Tabela 4), para o material Celtra Duo, os maiores valores de energia de superfície foram encontrados nos grupos controle ($37,47 \pm 2,62$ mN/m), condicionados com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos ($38,28 \pm 1,94$ mN/m), 5% por 60 segundos ($32,35 \pm 2,66$ mN/m) e condicionados com ácido fluorídrico 10% durante 20 segundos ($24,85 \pm 4,17$ mN/m), sem diferença estatisticamente significativa entre estes valores ($p>0,05$). Para o Lava Ultimate, apenas o tratamento realizado com ácido fluorídrico 5% durante 20 segundos promoveu diminuição nos valores de energia de superfície ($18,40 \pm 5,57$ mN/m), em relação aos demais grupos, porém a diferença só foi estatisticamente significativa para o grupo condicionado por 5% durante 90 segundos ($26,90 \pm 0,75$ mN/m), o qual apresentou os maiores valores ($p<0,05$). Para o Vita Enamic, todos os tratamentos realizados aumentaram a energia de superfície em relação ao grupo

controle ($23,40 \pm 3,20$ mN/m), porém a diferença só foi estatisticamente significativa quando as amostras foram condicionadas com ácido fluorídrico 10% durante 60 segundos ($33,03 \pm 2,65$ mN/m) e 10% durante 90 segundos ($32,03 \pm 6,33$ mN/m) ($p < 0,05$).

A Tabela 5 mostra os valores de energia livre total de interação (ΔG) (mJ/m^2) dos materiais em função dos diferentes tratamentos de superfície. De maneira geral, o material Celtra Duo apresentou os maiores valores de Delta G com diferença estatisticamente significantes para todos os grupos dos materiais Lava Ultimate e Vita Enamic ($p < 0,05$), à exceção do grupo controle, onde o Celtra Duo ($-0,50 \pm 1,12$ mJ/m^2) não apresentou diferença estatisticamente significativa para o Lava Ultimate ($-19,41 \pm 54,21$ mJ/m^2) ($p > 0,05$).

Na comparação entre os tratamentos em relação aos valores de energia livre total de interação (ΔG) para cada material (Tabela 5), para o Celtra Duo, todos os tratamentos causaram aumento nos valores em relação ao grupo controle ($p < 0,05$). Os maiores valores foram encontrados para os grupos condicionados com ácido fluorídrico 5% durante 40 ($58,33 \pm 4,28$ mJ/m^2) e 5% durante 60 segundos ($53,72 \pm 3,48$ mJ/m^2), sem diferença estatisticamente significativa entre si ($p > 0,05$). Para o Lava Ultimate, de maneira geral, os tratamentos de superfície promoveram diminuição nos valores de energia livre total de interação (ΔG), em comparação ao grupo controle ($-19,41 \pm 54,21$ mJ/m^2), porém a diferença só foi significativa para o grupo condicionado com ácido fluorídrico 10% durante 90 segundos ($-65,31 \pm 5,71$ mJ/m^2) ($p < 0,05$). No material Vita Enamic, os maiores valores foram encontrados para os grupos condicionados com ácido fluorídrico 5% por 60 segundos ($-19,42 \pm 8,87$ mJ/m^2) e 5% durante 90 segundos ($-11,42 \pm 7,50$ mJ/m^2), sem diferença estatisticamente significativa entre si ($p > 0,05$). Apenas esses dois grupos apresentaram diferença estatisticamente significativa para o grupo controle ($-51,63 \pm 20,74$ mJ/m^2) ($p < 0,05$).

A Tabela 6 mostra os valores de resistência de união (MPa) do cimento resinoso aos diferentes materiais. Na comparação entre os materiais estudados, o Celtra Duo e o Vita Enamic apresentarem os maiores valores de resistência de união em todos os grupos condicionados com ácido fluorídrico 5%, independente do tempo de aplicação do ácido, sem diferença estatisticamente significativa entre si, bem como quando condicionadas com ácido fluorídrico 10% por 40 ou 90 segundos ($p>0,05$). Quando o tratamento foi realizado com ácido fluorídrico 10% por 60 segundos, os valores de resistência de união do Celtra Duo foram estatisticamente superiores aos demais materiais ($14,53 \pm 3,87$ MPa) ($p<0,001$). O material Vita Enamic apresentou maiores valores de resistência de união comparado aos demais grupos, quando realizado o tratamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos ($13,20 \pm 3,15$ MPa) ($p=0,001$).

Na comparação entre os diferentes tratamentos realizados na superfície de cada material (Tabela 6), para o material Celtra Duo, os maiores valores de resistência de união foram encontrados para os grupos condicionados com ácido fluorídrico 10% durante 40, 60 ou 90 segundos, sem diferença estatisticamente entre eles ($p>0,05$). Os menores valores foram encontrados para o grupo controle ($4,35 \pm 0,82$ MPa), sem diferença estatisticamente significativa para todos os tratamentos realizados com ácido fluorídrico 5%, independente do tempo de aplicação, e para o grupo condicionado com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos ($6,84 \pm 1,80$ MPa) ($p>0,05$).

Para o material Lava Ultimate (Tabela 6), o grupo que recebeu tratamento com ácido fluorídrico 10% por 40 apresentou maior valor de resistência de união ($7,89 \pm 1,89$ MPa) em comparação aos demais grupos ($p<0,05$), à exceção do grupo condicionado com ácido fluorídrico 10% durante 20 segundos ($6,92 \pm 0,45$ MPa) ($p>0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os demais grupos estudados ($p>0,05$).

Para o material Vita Enamic (Tabela 6), o grupo condicionado com ácido fluorídrico a 10% por 20 segundos apresentou maior valor de resistência de união ($13,20 \pm 3,15$ MPa), sem diferença estatisticamente significativa para os grupos condicionados com ácido fluorídrico 5% por 90 segundos ($9,80 \pm 3,87$ MPa) e 10% por 40 segundos e 5% por 40 segundos ($8,68 \pm 4,02$ MPa) ($p > 0,05$). O menor valor de resistência de união foi encontrado para o grupo controle ($0,67 \pm 0,22$ MPa), com diferença estatisticamente significativa para os demais grupos ($p < 0,05$).

DISCUSSÃO

Existe na Odontologia uma procura incansável por materiais que substituam a estética e a função dos dentes naturais. Ao longo do tempo, muitos materiais foram concebidos com esta finalidade, mas sem atingir um resultado pleno. Por exemplo, material com excelente estética, mas pouca longevidade; alta resistência, mas baixa estética; boa estética, mas baixa união química, o que dificultava a escolha na confecção das restaurações odontológicas.¹⁵ Nesse sentido, novos materiais restauradores indiretos foram recentemente desenvolvidos, como o monossilicato de lítio reforçado por zircônia, a cerâmica híbrida e a resina nanocerâmica, materiais utilizados na tecnologia CAD-CAM, cujos protocolos de condicionamento foram objetos do presente estudo. Os resultados mostraram que as variações nos protocolos de concentração e tempo de aplicação do ácido fluorídrico afetaram a resistência de união e a configuração microestrutural dos materiais, produzindo diferentes efeitos de acordo com cada material. Sendo assim, a primeira hipótese nula do estudo foi rejeitada.

Para o material Celtra Duo, o qual contém em sua estrutura o monossilicato de lítio reforçado por 10% de dióxido de zircônia, os maiores valores de resistência de união foram encontrados quando o material foi condicionado com ácido fluorídrico 10% por 40, 60 ou 90 segundos (Tabela 6). O condicionamento com ácido fluorídrico dissolve seletivamente a matriz de vidro expondo os cristais na superfície, resultando em maior resistência de união.¹⁵ O ácido aumenta a área da superfície criando microporos, nos quais o cimento resinoso poderia penetrar proporcionando um embricamento micromecânico durável,^{16,20} além de limpar a superfície, removendo detritos e impurezas.

O aumento nos valores de rugosidade de superfície Ra e Rz (Tabelas 1 e 2) deste material quando condicionado com ácido fluorídrico, independentemente da concentração e tempo de aplicação, em relação ao grupo controle, demonstram que o

ácido modificou a superfície do material, tornando a superfície porosa com microcavidades na matriz de vidro, possivelmente pela protrusão relativa dos cristais, resultante da dissolução da fase de vidro.^{20,21} A rugosidade da superfície é um aspecto importante que descreve a efetividade dos procedimentos de pré-tratamento. Para sua descrição quantitativa, os parâmetros de rugosidade Ra e Rz são os mais usados,²¹ mas não há uma quantidade ideal de rugosidade clinicamente relevante conhecida até o momento. Estudos sobre resistência de união mostraram a importância particular da rugosidade de materiais indiretos, onde o aumento da rugosidade superficial apresenta influência sobre a resistência mecânica,^{16,22,23} assim como podemos ver nos resultados do nosso trabalho. No entanto, não existe um limite determinado para tal. Esse padrão de condicionamento pode ser observado nas imagens obtidas em microscopia confocal e microscopia eletrônica de varredura (Figuras 1 e 4). Na imagem 3D em microscopia de força atômica, a superfície condicionada com ácido fluorídrico 10% por 20, 40 ou 60 segundos obteve uma superfície ligeiramente mais irregular, comparado aos demais tratamentos de superfície (Figura 7).

Todos os tratamentos realizados sobre o Celtra Duo aumentaram os valores de energia livre total de interação da superfície (Delta G), sendo que o condicionamento a 10% durante 40 segundos apresentou maior valor que o tratamento por 90 segundos (Tabela 5). Segundo Van Oss, 1995, valores de Delta G maiores que 0 significam que a superfície é hidrofílica, enquanto valores de Delta G menores que 0 significam uma superfície hidrofóbica.^{18,21,25,26} A energia livre total da interação (Delta G), que significa a energia livre de Gibbs, mostra como o material pode receber e doar elétrons, tornando uma superfície com afinidade à água ou não.¹⁸ Dessa forma, o condicionamento da superfície do Celtra Duo promoveu uma superfície mais hidrofílica no material, com menor ângulo de contato de superfície (Tabela 3 e 5). Provavelmente, isso ocorreu pelo

fato do condicionamento ácido ter removido também as impurezas superficiais, como óxidos e outros detritos orgânicos e inorgânicos, com exposição de grupamentos hidroxila na superfície da cerâmica, responsáveis pela união química,^{27,28,29,30} melhorando sua capacidade de umedecimento para aplicação do silano e posteriormente do cimento resinoso.³¹ Embora os maiores valores de Delta G do Celtra Duo tenham sido encontrados quando as amostras foram condicionadas a 5% durante 40 ou 60 segundos (Tabela 05), isso não significou melhoria nos resultados de resistência de união.

Além dos aspectos mecânicos, a resistência de união depende de fatores químicos e da energia superficial. A capacidade de escoamento do adesivo é dependente da tensão superficial do adesivo e da energia de superfície do substrato.^{32,32} A tensão superficial do adesivo ou do cimento resinoso não pode ser alterada, porém a energia superficial da cerâmica pode ser afetada pelos procedimentos de pré-tratamento. Para obter alta resistência de união, a tensão interfacial deveria ser mínima,³² permitindo um bom umedecimento da superfície. Isso poderia ser alcançado com o aumento da energia da superfície. Alguns artigos mostraram a relevância prática dessas considerações ao relacionar trabalhos com resultados de adesão com alta resistência de união relacionados com maior energia superficial.^{32,33} No presente estudo, no entanto, os valores de energia de superfície, em geral, diminuíram com os tratamentos de superfície realizados (Tabela 4). No entanto, essa diminuição não foi relacionada com menores valores de resistência de união. Dessa maneira, para o Celtra Duo, o condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 40 ou 60 segundos parece trazer melhores resultados.

O Lava Ultimate é uma resina nanocerâmica, contendo nanopartículas de sílica (20 nm de diâmetro) e zircônia (4-11 nm de diâmetro) e nanoaglomerados de zircônia/sílica (nanoclusters).^{34,35} Os diferentes condicionamentos com ácido fluorídrico também foram capazes de alterar a resistência de união do cimento resinoso (Tabela 6),

sendo que os maiores valores foram encontrados após o condicionamento com ácido fluorídrico 10% durante 20 ou 40 segundos. Especula-se que o ácido possa ter promovido uma limpeza profunda na superfície do material, uma vez que a rugosidade de superfície (Ra e Rz) sofreram alteração significativa (Tabelas 1 e 2). As imagens 2D obtidas em microscopia eletrônica de varredura (Figura 5) e 3D obtidas em microscopia de força atômica e microscopia confocal (Figuras 2 e 8) parecem corroborar com esses resultados. Como o ácido fluorídrico é capaz de remover matriz vítrea, composta especialmente pela sílica,³⁶ sugere-se que uma possível remoção ou modificação nas partículas de sílica possa ter ocorrido. No entanto, maiores valores de rugosidade de superfície não significaram maiores valores de resistência de união,³⁶ sendo que o condicionamento prolongado não aumentou significativamente a resistência da interface adesiva (Tabela 6). Strasser et al. (2018) e Cekic-Nagas et al. (2016), relataram uma redução na resistência ao cisalhamento quando condicionamento ácido prolongado é realizado, pois causaria uma demasiada corrosão ácida gerando fissuras maiores e irregulares, causando uma resistência de união mais fraca.^{16,37} Dessa forma, poros e fissuras menores ofereceriam melhores sítios de travamento mecânico do que os poros mais largos,^{32,38} uma vez que os mesmos poderiam não ser completamente preenchidos pelo material ou agente de cimentação. A quantidade absoluta de rugosidade necessária para a adesão ideal é na verdade desconhecida, mas uma correlação positiva entre aspereza e a concentração e duração da corrosão,^{38,39,40,41} como observada para o Lava Ultimate, pode ser encontrada.

A superfície do Lava Ultimate apresenta valores de energia livre de interação negativos (Delta G), tanto no grupo controle, quanto nos grupos que sofreram tratamento de superfície (Tabela 5), o que caracteriza o material como sendo hidrofóbico. A presença de componentes orgânicos como BisGMA, UDMA, BisEMA, TEGDMA na matriz polimérica com alto índice de ligações cruzadas⁴² poderiam contribuir para esses

resultados, especialmente pela presença do BisGMA e UDMA, os quais são considerados hidrófobos.⁴³ Os valores de energia de superfície (Tabela 4) e ângulo de contato (Tabela 3) não sofreram, de maneira geral, alterações significantes após os tratamentos realizados. Como o Lava Ultimate é basicamente uma resina composta, e não requer, necessariamente, aplicação do agente silano previamente ao processo de cimentação, essas características de superfície tiveram pouca influência nos resultados de resistência de união. Dessa forma, o tratamento da superfície deste material com ácido fluorídrico 10% por 20 ou 40 segundos parece ser o mais adequado.

O material Vita Enamic caracteriza-se como uma cerâmica híbrida, o qual foi desenvolvido pela penetração de um polímero à base de UDMA e TEGDMA (25% em volume) dentro de uma rede de cerâmica sinterizada (75% em volume).^{9,10} A estrutura cerâmica é porosa, com composição similar à cerâmica feldspática enriquecida com óxido de alumínio.¹⁶ Os resultados de resistência de união para este material (Tabela 6), mostraram que os maiores valores foram obtidos quando a superfície foi condicionada com ácido fluorídrico 5% durante 40 ou 90 segundos e com ácido fluorídrico 10% por 20 e 40 segundos. O condicionamento ácido provavelmente tenha removido a fase vítrea do material, criando irregularidades na superfície do mesmo, conforme mostrado nas imagens em microscopia eletrônica de varredura (Figura 6) e microscopia confocal (Figura 3). Para este material, é possível observar nas imagens 3D em microscopia de força atômica, que o padrão de condicionamento parece ser ocorrido de maneira proporcional à concentração e tempo de aplicação do ácido fluorídrico. Tais resultados também podem ser comprovados pela análise da rugosidade de superfície Ra e Rz (Tabelas 1 e 2). Embora alguns estudos encontrassem uma correlação positiva entre a rugosidade e a resistência de união,^{21,44} o excesso de condicionamento poderia levar à formação de porosidades grandes e profundas, os quais poderiam interferir negativamente

no processo de adesão e na resistência estrutural destes materiais, podendo haver falhas na infiltração do cimento resinoso.^{27,28,29} Além disso, a própria composição mista do material, que consiste em uma rede de polímeros infiltrada em uma rede de cerâmica,⁶ poderia contribuir para formação de uma superfície mais rugosa, uma vez que os diferentes constituintes podem não estar tão bem unidos em comparação à uma cerâmica vítrea, exibindo uma superfície porosa.⁴⁵

O condicionamento do Vita Enamic com ácido fluorídrico 5% por 60 ou 90 segundos deixou a superfície menos hidrofóbica em relação ao grupo controle (Tabela 5), mas ainda sem ser caracterizado como uma superfície hidrofílica. Houve também aumento na energia de superfície comparado ao grupo controle (Tabela 4), com menor ângulo de contato (Tabela 3). Tais fatores são importantes no processo de adesão destes materiais, uma vez que a presença de fase vítrea na superfície do material, faz com que seja necessária a aplicação de agente silano previamente ao agente de cimentação.⁴⁶ Especula-se que o condicionamento com ácido fluorídrico 10% tenha eliminado muita fase vítrea, expondo muita matriz resinosa, o que aumentou o ângulo de contato e a sua hidrofobicidade. Dessa forma, acredita-se que para o Vita Enamic, o condicionamento com ácido fluorídrico 5% durante 90 segundos trouxe melhores resultados, uma vez que o conteúdo cerâmico do material híbrido guiaria o tratamento de superfície mais adequado, a partir da dissolução seletiva da matriz de vidro quando exposta ao ácido fluorídrico, aumentando a rugosidade da superfície e promovendo melhor intertravamento micromecânico com o cimento resinoso.⁴⁶

Na comparação entre os materiais, houveram diferenças entre eles na resistência de união e na caracterização de superfície, rejeitando-se assim, a segunda hipótese nula do estudo. De maneira geral, o Lava Ultimate apresentou menores valores de resistência de união, à exceção do grupo controle (Tabela 6). Da mesma forma, em geral, apresentou

maior ângulo de contato (Tabela 3) e uma superfície com característica mais hidrofóbica (Tabela 5). Um dos aspectos críticos no processo de união à blocos de resinas CAD-CAM é que seu alto grau de conversão, resultante do processo de fabricação dos mesmos, limita o número de duplas ligações de carbono em sua superfície, dificultando o processo de união.⁴⁷ Para estes materiais, o uso de *primers* resinosos contendo metil metacrilato modificado com ácido poliacrílico têm demonstrado superioridade na resistência de união, em comparação ao uso do agente silano.⁴⁷

O material Celtra Duo apresentou, em geral, maior hidrofiliabilidade e menor ângulo de contato do que o Vita Enamic (Tabelas 3 e 5). Da mesma forma como relatado anteriormente, a ausência de componentes resinosos no material pode ter contribuído para esses resultados. No entanto, ressalta-se que isso não se traduziu diretamente em maiores valores de resistência de união. Especula-se que, como ambos os materiais necessitam da aplicação do agente de união silano, a união química possa apresentar maior influência no processo de adesão que a microrretenção mecânica causada pelo condicionamento.²⁸

O efeito da energia livre total de interação (Delta G), embora mostre claramente maiores valores para o material Celtra Duo em comparação aos demais materiais quando submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico (Tabela 5), não pode ser diretamente relacionada com aumento nos valores de resistência de união. Talvez esse fenômeno seja mais evidente no processo de adesão de biofilme às estruturas dos materiais do que na interação de agentes resinosos com a superfície do material.⁴⁸ Da mesma forma, o material Vita Enamic apresentou, de maneira geral, maiores valores de rugosidade de superfície Ra e Rz (Tabelas 1 e 2), pelo condicionamento seletivo da matriz vítrea do componente cerâmico, sem, no entanto, apresentar necessariamente maiores valores de resistência de união (Tabela 6). Ou seja, baseado nos resultados do presente

estudo, prever a resistência de união com base apenas em valores de rugosidade, ângulo de contato ou energia livre total de interação, não parece ser adequada.

No presente estudo, dois parâmetros de rugosidade de superfície foram analisados Ra e Rz. Embora a descrição da rugosidade no padrão Ra (média entre picos e vales) seja comumente utilizada em estudos na área de materiais odontológicos, uma vez que fornece uma estimativa representativa da rugosidade de superfície,⁴⁹ os valores variam muito de acordo com a técnica de leitura e podem não distinguir a presença de picos dos vales na superfície do material. Sendo assim, seria importante calcular outros parâmetros que pudessem medir adequadamente a forma e espaçamento das irregularidades da superfície.⁵⁰ Essas análises foram realizadas em microscopia laser confocal (Tabelas 1 e 2). De acordo com Wennerberg et al. (1996), as leituras de rugosidade realizadas com pontas ou agulhas, como nos rugosímetros portáteis, poderiam sub-estimar a rugosidade de superfície, em virtude da ponta não alcançar a base de vales estreitos na superfície dos materiais, com perda de detalhes nas leituras.⁵¹ Dessa forma, como o objetivo do estudo era verificar o efeito de diferentes tempos e concentrações do condicionamento ácido na superfície de diferentes materiais restauradores, optou-se pela técnica da microscopia confocal para analisar tais efeitos.

Embora uma superfície adequadamente porosa seja um passo vital para a cimentação duradoura da restauração indireta, a duração do condicionamento deve ser sempre governado pela composição do material.^{23,24} O presente estudo mostrou uma mudança marcante na micromorfologia da superfície em termos de formação de irregularidades na superfície dos materiais, tanto em largura quanto em profundidade. Isso é considerado um passo clínico essencial para unir materiais cerâmicos a estruturas dentárias,^{53,53,54} mas o respeito ao potencial de união químico e demais fatores envolvidos no processo de cimentação adesiva precisam ser considerados.

Diante do que foi discutido, algumas limitações do estudo podem ser elucidadas, como a necessidade de testes a longo prazo, diferentes protocolos de pré tratamento, incluindo o efeito da aplicação dos agentes silanos, e a utilização de diferentes cimentos resinosos. Futuras análises químicas na superfície dos materiais, bem como estudos clínicos longitudinais, necessitam ser realizados a fim de definir os protocolos ideais para cada material utilizado nas reabilitações orais.

CONCLUSÃO

Cada material estudado apresentou característica de superfície diferente dependendo da concentração e tempo de aplicação do ácido fluorídrico, com influência direta na resistência de união. O monossilicato de lítio reforçado por zircônia Celtra Duo apresentou melhores resultados quando submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 40 ou 60 segundos de aplicação. A resina nanocerâmica Lava Ultimate apresentou melhor performance quando condicionada com ácido fluorídrico 10% por 20 ou 40 segundos, enquanto que a cerâmica híbrida Vita Enamic apresentou melhores resultados quando condicionada com ácido fluorídrico 5% por 90 segundos. Celtra Duo apresentou de maneira geral propriedades mecânicas superiores aos demais.

REFERÊNCIAS

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

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

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

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

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

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

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

TABELAS

Tabela 1: Valores de Rugosidade Ra (μm), obtidos em microscopia confocal a laser 3D, dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média \pm desvio padrão).

	CELTRA DUO	LAVA ULTIMATE	VITA ENAMIC
Controle	0,020 \pm 0,000 B b	0,027 \pm 0,005 B f	0,060 \pm 0,013 A d
5% 20 segs.	0,183 \pm 0,031 B a	0,087 \pm 0,012 C e	0,337 \pm 0,035 A c
5% 40 segs.	0,170 \pm 0,034 B a	0,122 \pm 0,021 B de	0,518 \pm 0,065 A bc
5% 60 segs.	0,205 \pm 0,076 B a	0,152 \pm 0,015 B cd	0,582 \pm 0,065 A bc
5% 90 segs.	0,195 \pm 0,056 B a	0,160 \pm 0,006 B bcd	0,652 \pm 0,156 A ab
10% 20 segs.	0,202 \pm 0,062 B a	0,158 \pm 0,010 B bcd	0,570 \pm 0,173 A bc
10% 40 segs.	0,170 \pm 0,020 B a	0,203 \pm 0,079 B abc	0,748 \pm 0,251 A ab
10% 60 segs.	0,170 \pm 0,022 B a	0,208 \pm 0,026 B ab	0,845 \pm 0,096 A a
10% 90 segs.	0,160 \pm 0,021 B a	0,238 \pm 0,016 B a	0,873 \pm 0,172 A a

Letras distintas, maiúsculas na linha e minúsculas na coluna, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 2: Valores de Rugosidade Rz (μm), obtidos em microscopia confocal a laser 3D, dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média \pm desvio padrão).

	CELTRA DUO	LAVA ULTIMATE	VITA ENAMIC
Controle	1,125 \pm 0,426 A b	0,578 \pm 0,177 B e	1,218 \pm 0,181 A e
5% 20 segs.	2,903 \pm 0,607 B a	1,362 \pm 0,227 C d	3,800 \pm 0,513 A de
5% 40 segs.	2,885 \pm 0,800 B a	1,768 \pm 0,293 B cd	6,273 \pm 1,406 A cd
5% 60 segs.	2,920 \pm 0,825 B a	2,135 \pm 0,371 B bc	8,138 \pm 1,541 A abc
5% 90 segs.	3,772 \pm 1,131 B a	2,375 \pm 0,230 B b	7,995 \pm 1,624 A abc
10% 20 segs.	2,800 \pm 0,734 B a	2,422 \pm 0,361 B b	7,227 \pm 1,226 A bc
10% 40 segs.	3,165 \pm 1,046 B a	2,337 \pm 0,454 B bc	9,967 \pm 2,012 A ab
10% 60 segs.	3,598 \pm 1,011 B a	2,533 \pm 0,197 B b	10,900 \pm 1,198 A a
10% 90 segs.	2,693 \pm 0,558 B a	3,267 \pm 0,330 B a	11,053 \pm 3,084 A a

Letras distintas, maiúsculas na linha e minúsculas na coluna, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 3: Valores de ângulo de contato θ - Água ($^{\circ}$), dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média \pm desvio padrão).

	CELTRA DUO	LAVA ULTIMATE	VITA ENAMIC
Controle	46,20 \pm 5,38 B a	95,68 \pm 4,45 A a	92,40 \pm 6,89 A abc
5% 20 segs.	40,93 \pm 7,07 B ab	91,70 \pm 6,40 A a	90,87 \pm 7,91 A bc
5% 40 segs.	20,12 \pm 5,77 B c	88,78 \pm 7,96 A a	84,25 \pm 3,01 A cd
5% 60 segs.	28,30 \pm 3,16 C bc	95,27 \pm 5,93 A a	76,33 \pm 3,47 B de
5% 90 segs.	24,88 \pm 3,90 C bc	91,82 \pm 11,55 A a	71,10 \pm 1,63 B e
10% 20 segs.	23,12 \pm 4,09 C bc	96,07 \pm 4,05 A a	88,88 \pm 4,80 B c
10% 40 segs.	25,15 \pm 7,04 B bc	99,53 \pm 2,02 A a	101,53 \pm 9,32 A ab
10% 60 segs.	26,53 \pm 7,36 C bc	87,30 \pm 7,92 B a	101,82 \pm 2,90 A ab
10% 90 segs.	32,55 \pm 2,20 B b	97,38 \pm 2,92 A a	103,32 \pm 11,31 A a

Letras distintas, maiúsculas na linha e minúsculas na coluna, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 4: Valores de energia de superfície - γ_s (mN/m), dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média \pm desvio padrão).

	CELTRA DUO	LAVA ULTIMATE	VITA ENAMIC
Controle	37,46 \pm 2,62 A a	24,43 \pm 5,51 B ab	23,40 \pm 3,20 B b
5% 20 segs.	38,22 \pm 1,94 A a	18,40 \pm 5,57 C b	25,25 \pm 4,22 B ab
5% 40 segs.	21,70 \pm 9,06 A bc	20,98 \pm 5,45 A ab	30,03 \pm 3,19 A ab
5% 60 segs.	32,35 \pm 2,66 A ab	24,15 \pm 2,36 B ab	29,22 \pm 4,85 AB ab
5% 90 segs.	19,98 \pm 15,30 A bc	26,90 \pm 0,75 A a	30,22 \pm 5,15 A ab
10% 20 segs.	24,85 \pm 4,17 A abc	24,90 \pm 1,76 A ab	28,77 \pm 5,05 A ab
10% 40 segs.	21,03 \pm 7,48 A bc	23,13 \pm 2,04 A ab	26,52 \pm 5,18 A ab
10% 60 segs.	20,80 \pm 8,44 B bc	23,42 \pm 4,85 B ab	33,03 \pm 2,65 A a
10% 90 segs.	14,17 \pm 5,02 B c	25,60 \pm 2,19 A ab	32,03 \pm 6,33 A a

Letras distintas, maiúsculas na linha e minúsculas na coluna, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 5: Valores de energia livre total de interação - Delta G (mJ/m^2), dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média \pm desvio padrão).

	CELTRA DUO	LAVA ULTIMATE	VITA ENAMIC
Controle	$-0,50 \pm 1,12$ A f	$-19,41 \pm 54,21$ AB a	$-51,63 \pm 20,74$ B c
5% 20 segs.	$18,93 \pm 2,63$ A e	$-25,53 \pm 13,15$ B ab	$-51,38 \pm 15,89$ C c
5% 40 segs.	$58,33 \pm 4,28$ A a	$-25,93 \pm 13,18$ B ab	$-42,43 \pm 10,60$ C bc
5% 60 segs.	$53,72 \pm 3,48$ A ab	$-45,63 \pm 14,65$ C ab	$-19,42 \pm 8,87$ B ab
5% 90 segs.	$47,35 \pm 3,65$ A bc	$-55,81 \pm 27,62$ C ab	$-11,42 \pm 7,50$ B a
10% 20 segs.	$45,25 \pm 2,34$ A cd	$-50,46 \pm 2,46$ B ab	$-46,18 \pm 20,38$ B bc
10% 40 segs.	$48,13 \pm 6,84$ A bc	$-62,03 \pm 8,78$ C ab	$-43,63 \pm 13,44$ B bc
10% 60 segs.	$44,00 \pm 7,43$ A cd	$-28,18 \pm 15,93$ B ab	$-53,48 \pm 10,93$ C c
10% 90 segs.	$38,27 \pm 2,47$ A d	$-65,31 \pm 5,71$ B b	$-60,37 \pm 17,48$ B c

Letras distintas, maiúsculas na linha e minúsculas na coluna, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

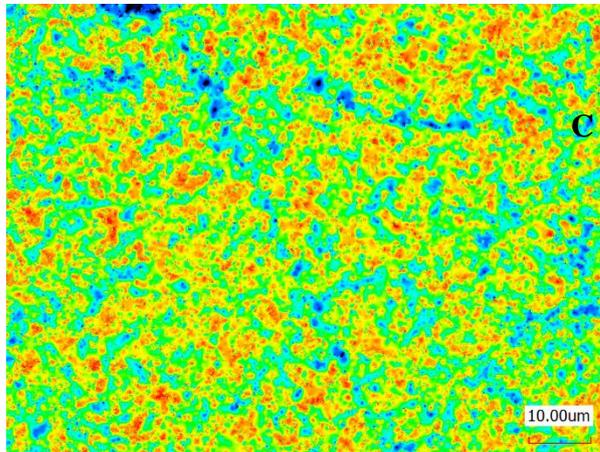
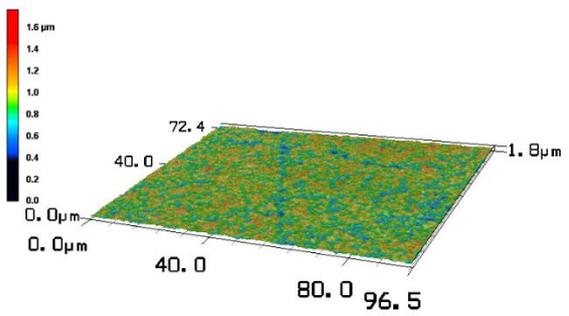
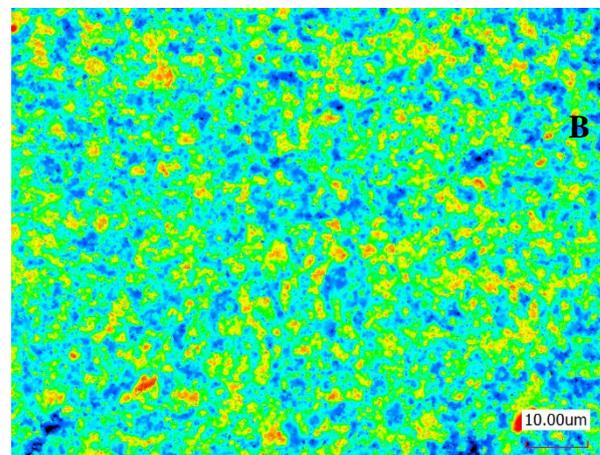
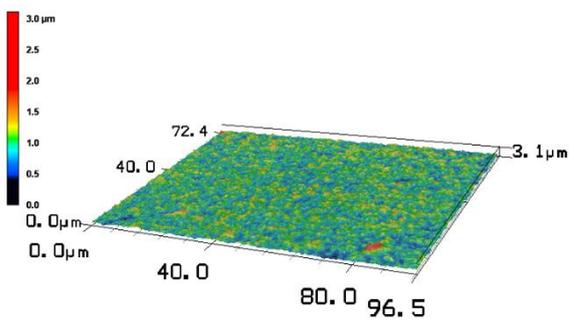
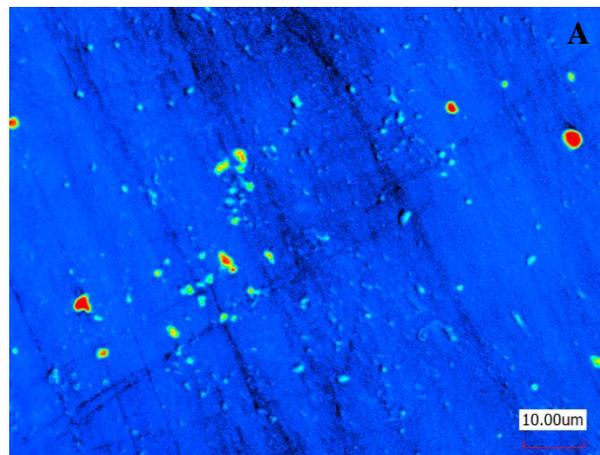
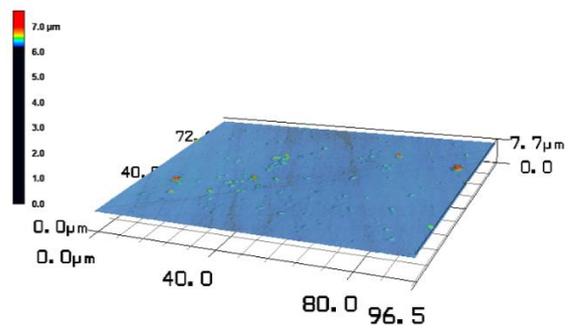
Tabela 6: Valores de resistência de união (MPa), dos diferentes materiais em função do tratamento de superfície (média \pm desvio padrão).

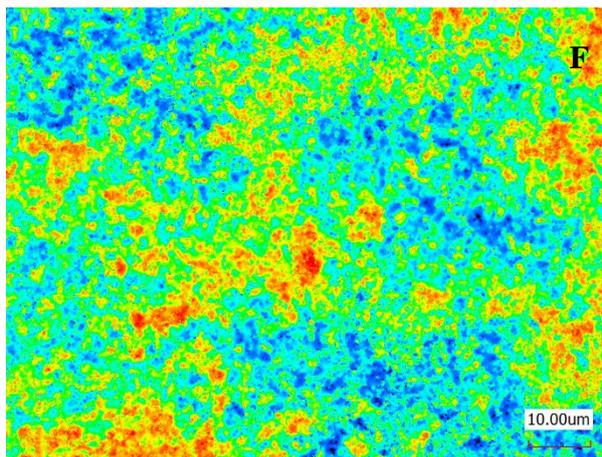
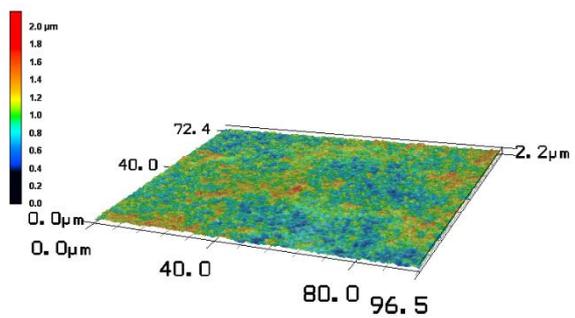
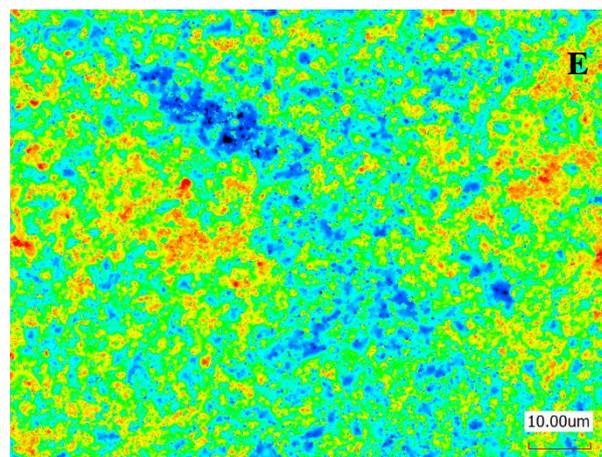
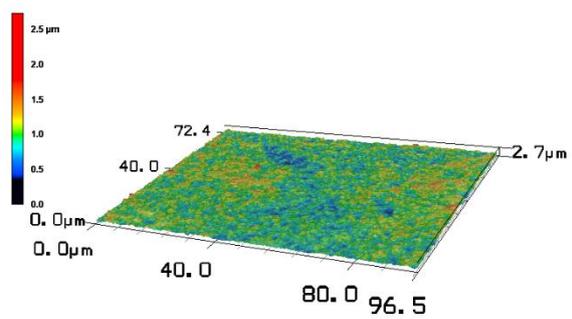
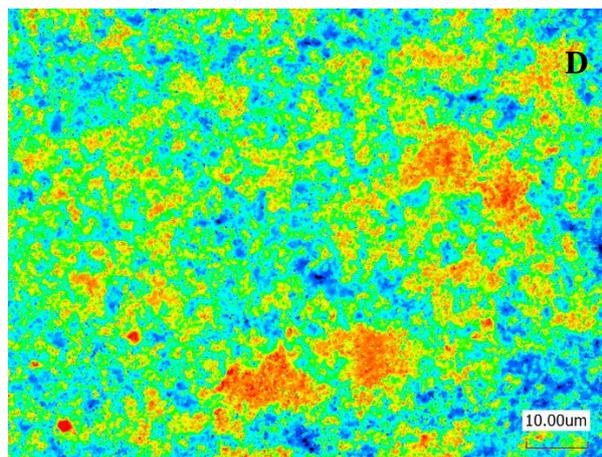
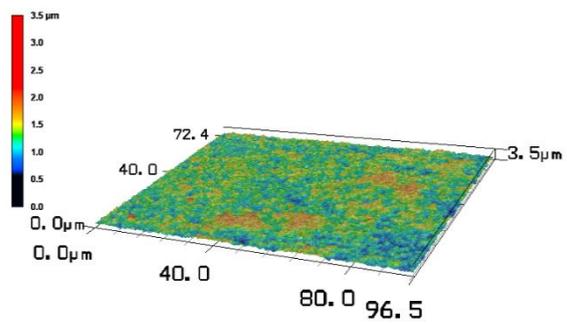
	CELTRA DUO	LAVA ULTIMATE	VITA ENAMIC
Controle	4,35 \pm 0,82 A d	4,61 \pm 1,19 A b	0,67 \pm 0,22 B c
5% 20 segs.	6,12 \pm 1,90 AB cd	4,85 \pm 0,43 B b	7,98 \pm 1,91 A b
5% 40 segs.	9,00 \pm 2,63 A bcd	5,02 \pm 1,81 B b	9,24 \pm 2,42 A ab
5% 60 segs.	8,28 \pm 2,17 A bcd	4,87 \pm 1,27 B b	6,91 \pm 1,00 AB b
5% 90 segs.	8,28 \pm 1,67 AB bcd	4,56 \pm 1,02 B b	9,80 \pm 3,87 A ab
10% 20 segs.	6,84 \pm 1,80 B cd	6,92 \pm 0,45 B ab	13,20 \pm 3,15 A a
10% 40 segs.	13,72 \pm 4,61 A ab	7,89 \pm 1,89 B a	8,68 \pm 4,02 AB ab
10% 60 segs.	14,53 \pm 3,87 A a	4,59 \pm 1,92 B b	7,46 \pm 1,64 B b
10% 90 segs.	10,20 \pm 4,25 A abc	5,24 \pm 1,30 B b	7,08 \pm 2,12 AB b

Letras distintas, maiúsculas na linha e minúsculas na coluna, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

FIGURAS

Figura 1 -





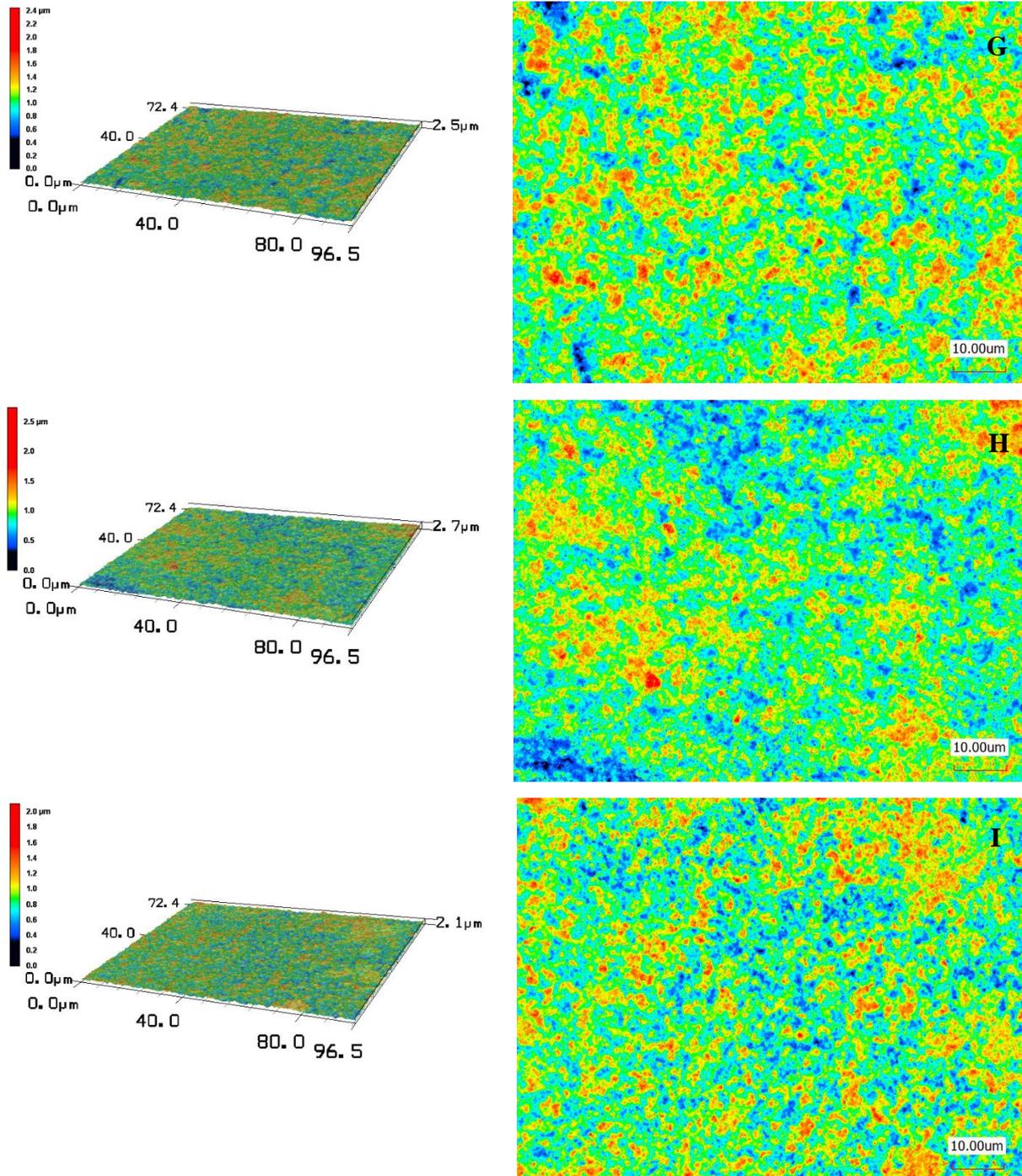
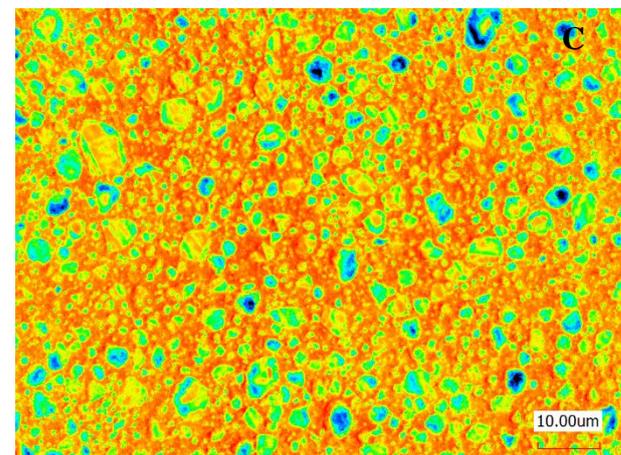
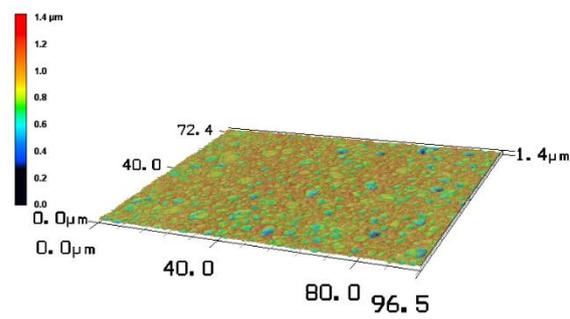
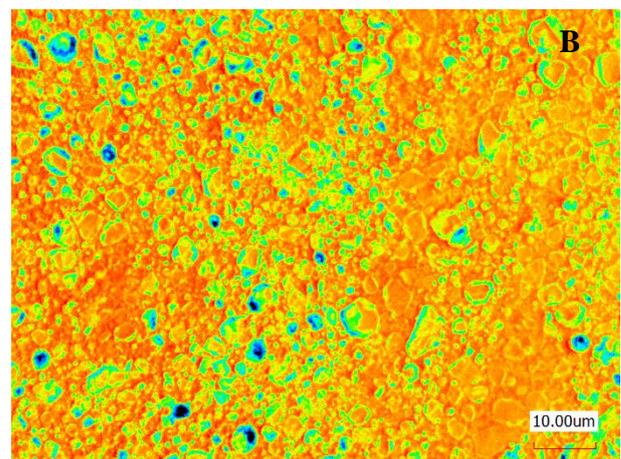
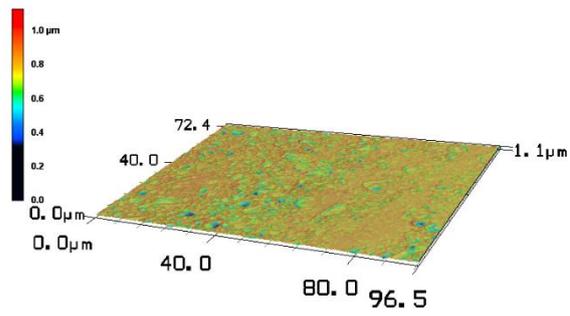
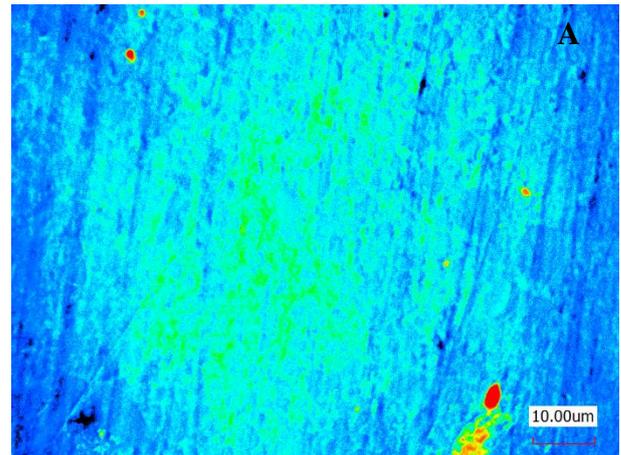
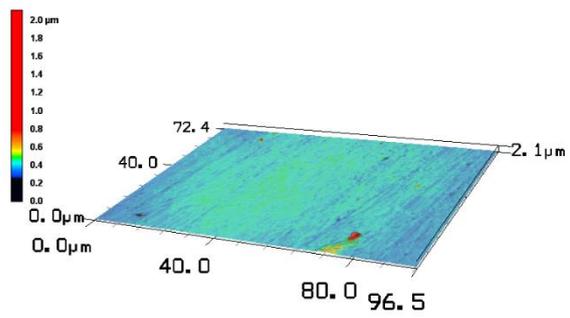
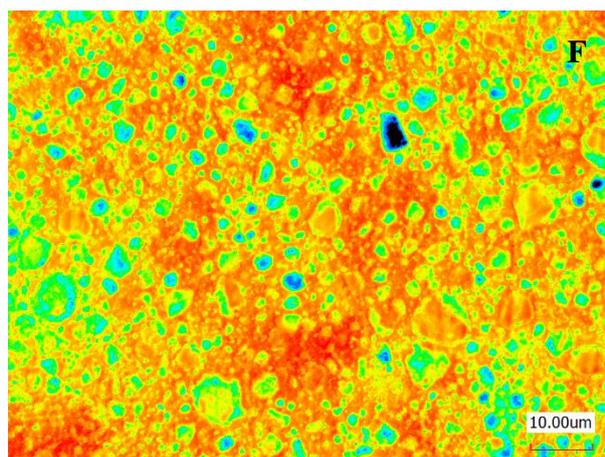
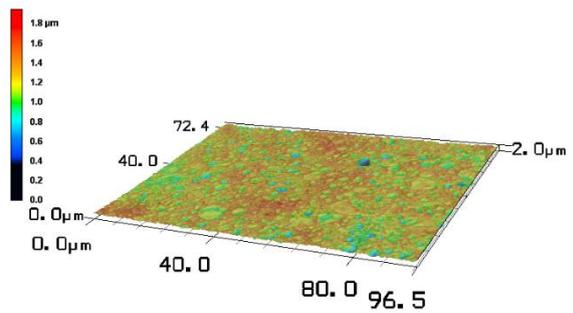
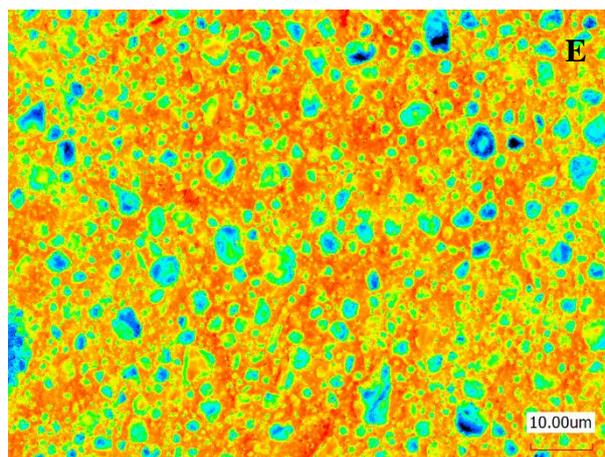
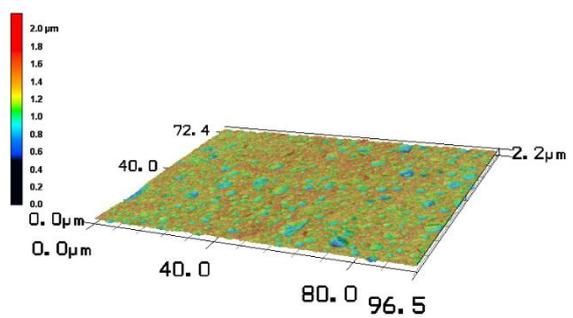
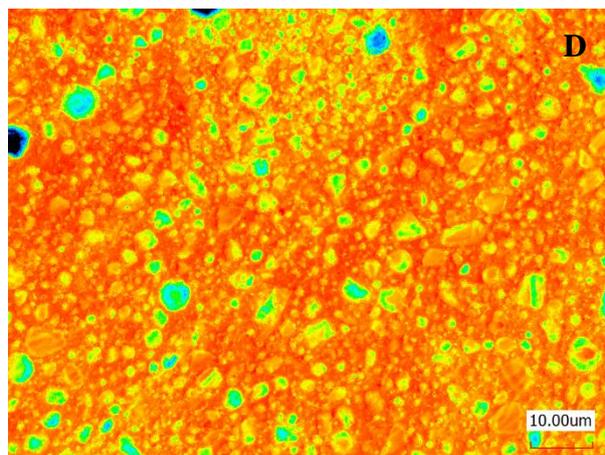
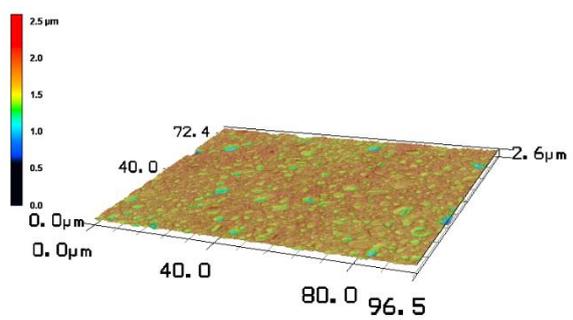


Figura 1: Imagens em microscópio confocal a laser 3D com aumento de 150x do material Celtra Duo. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 2 -





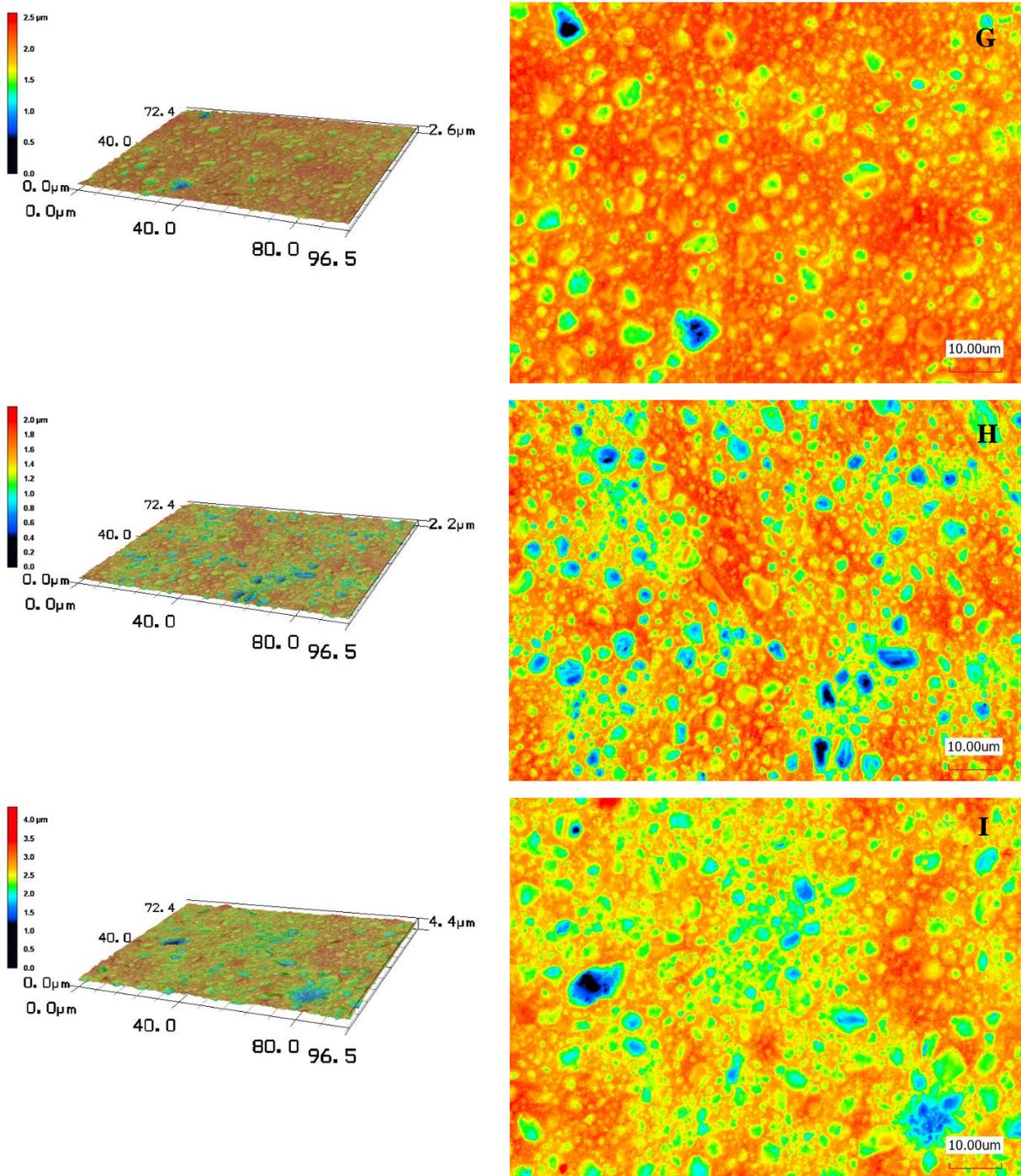
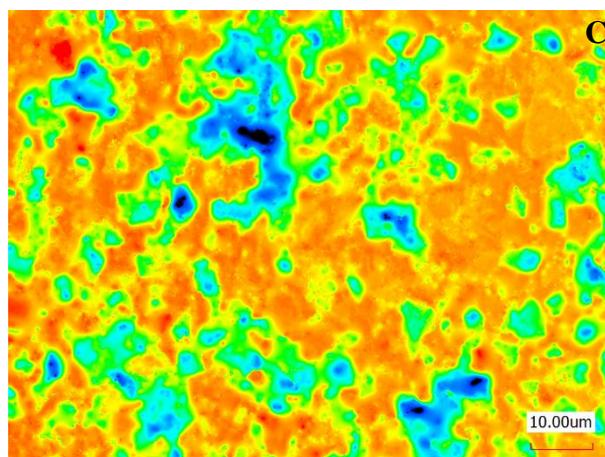
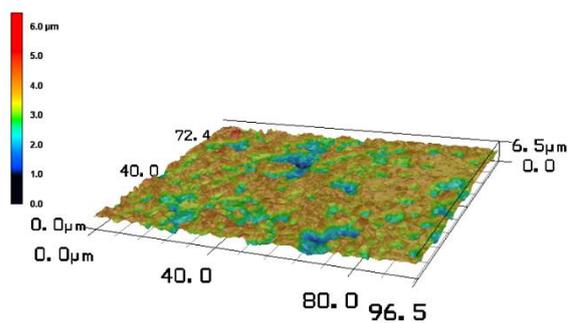
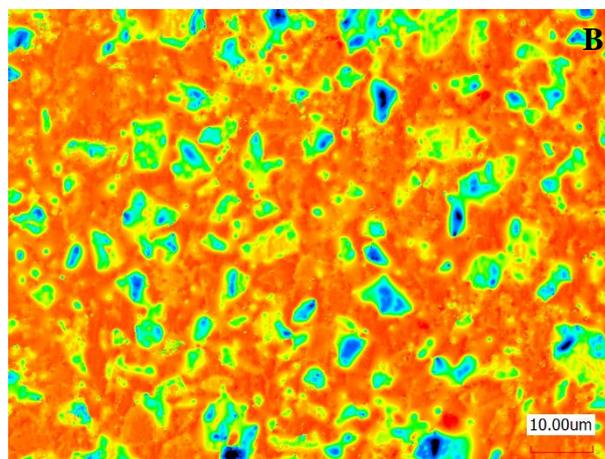
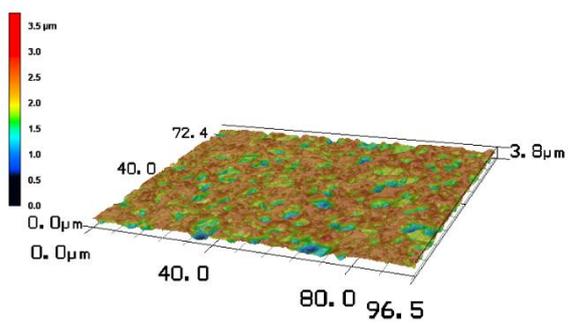
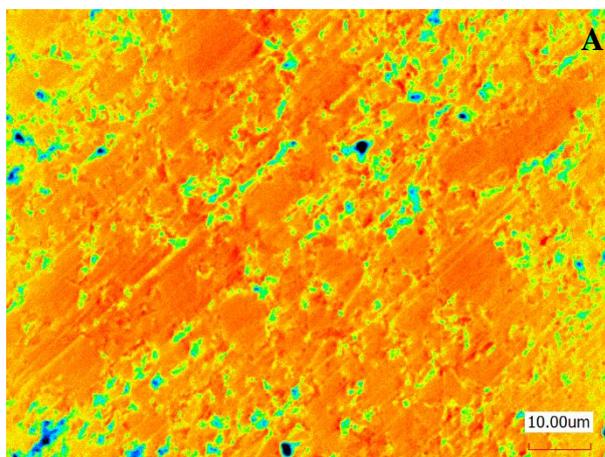
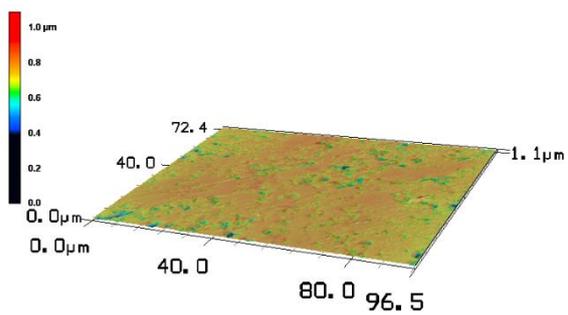
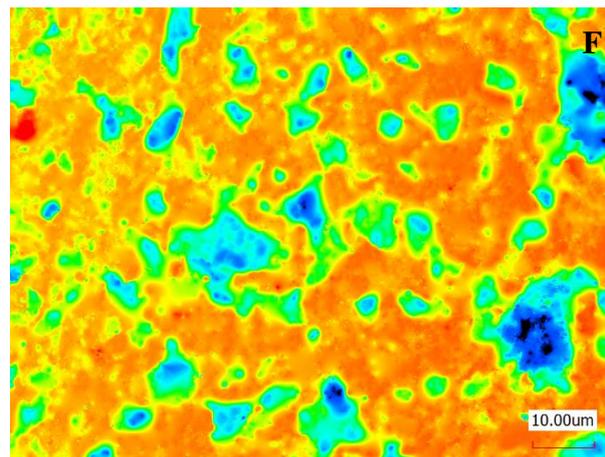
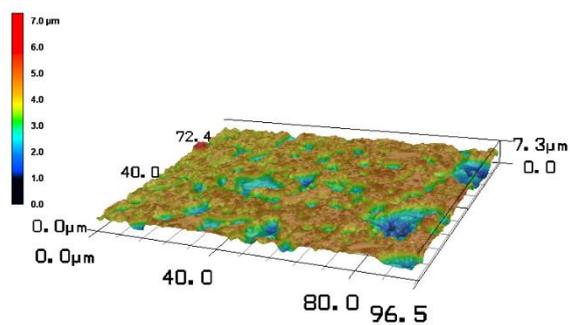
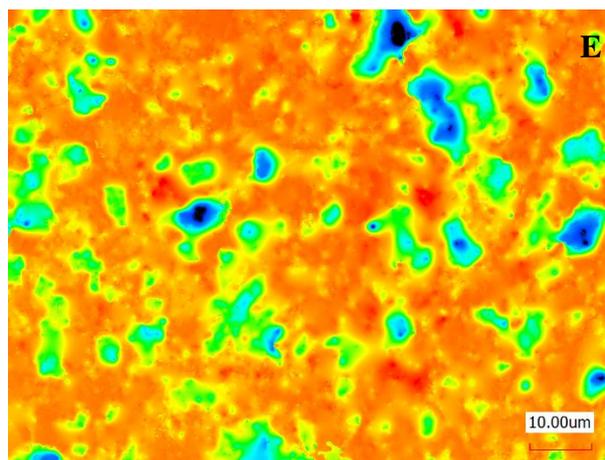
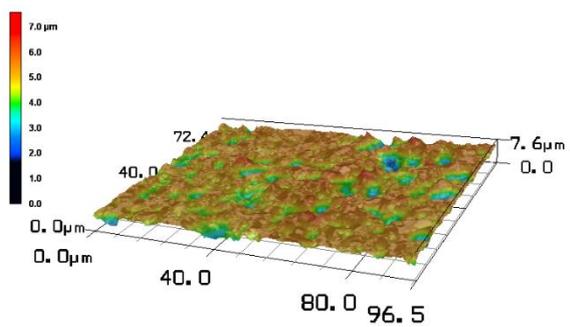
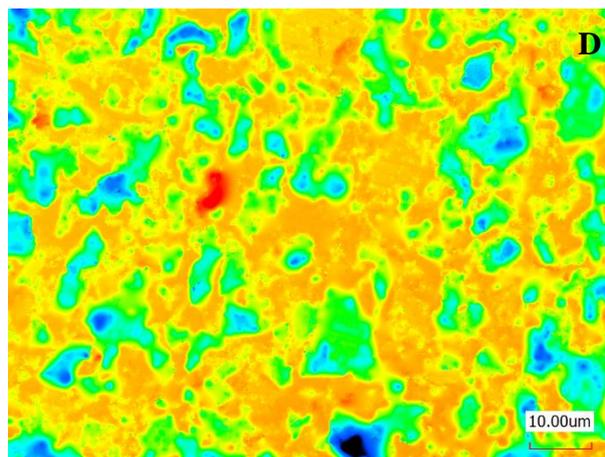
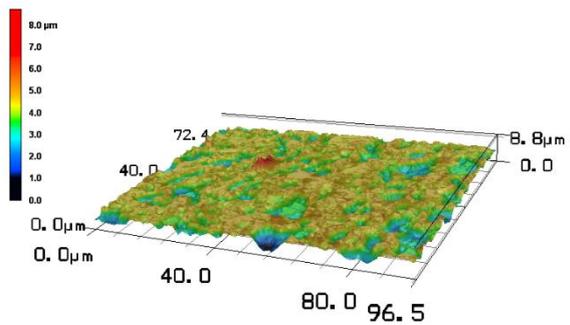


Figura 2: Imagens em microscópio confocal a laser 3D com aumento de 150x do material Lava Ultimate. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 3 -





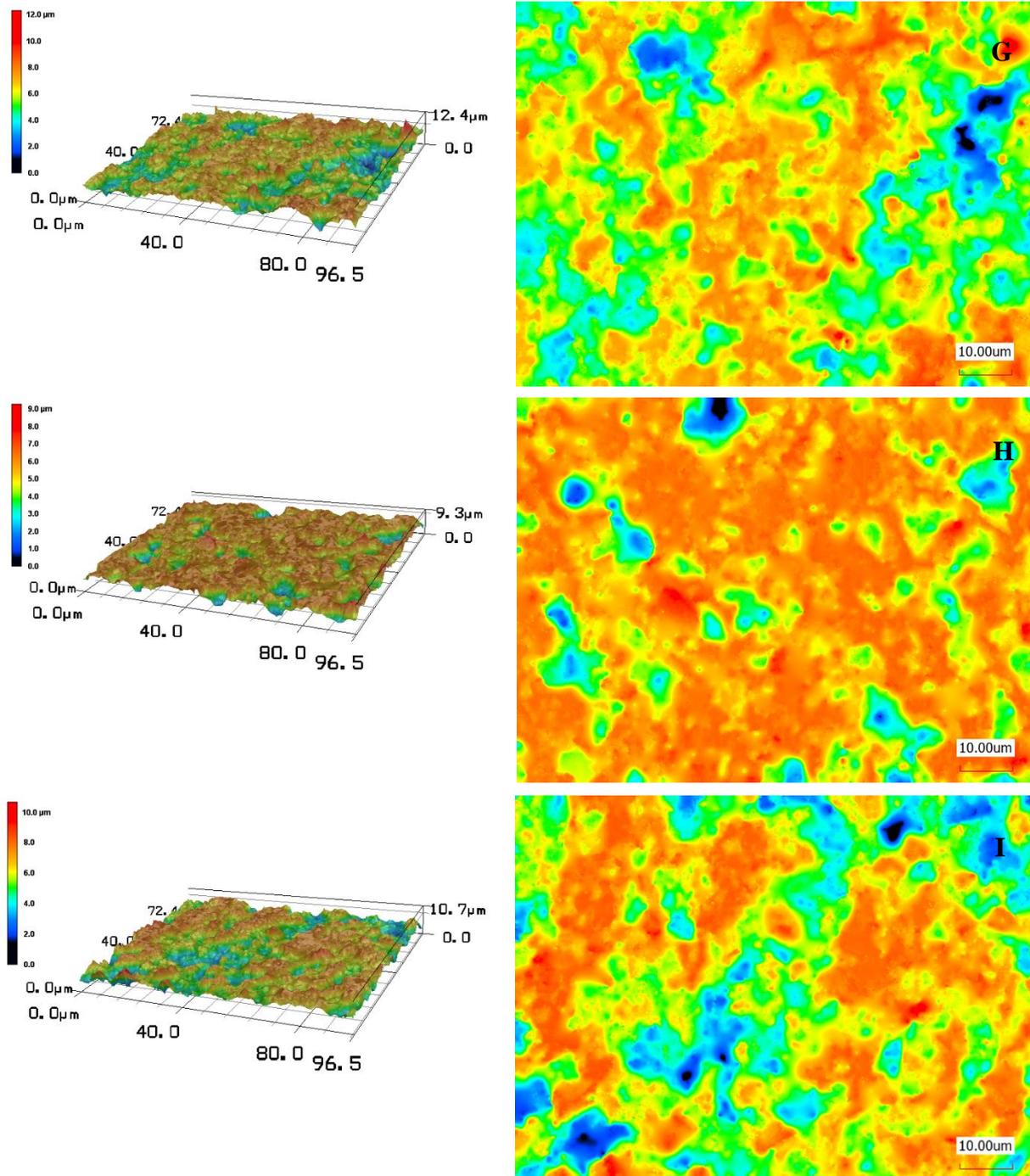
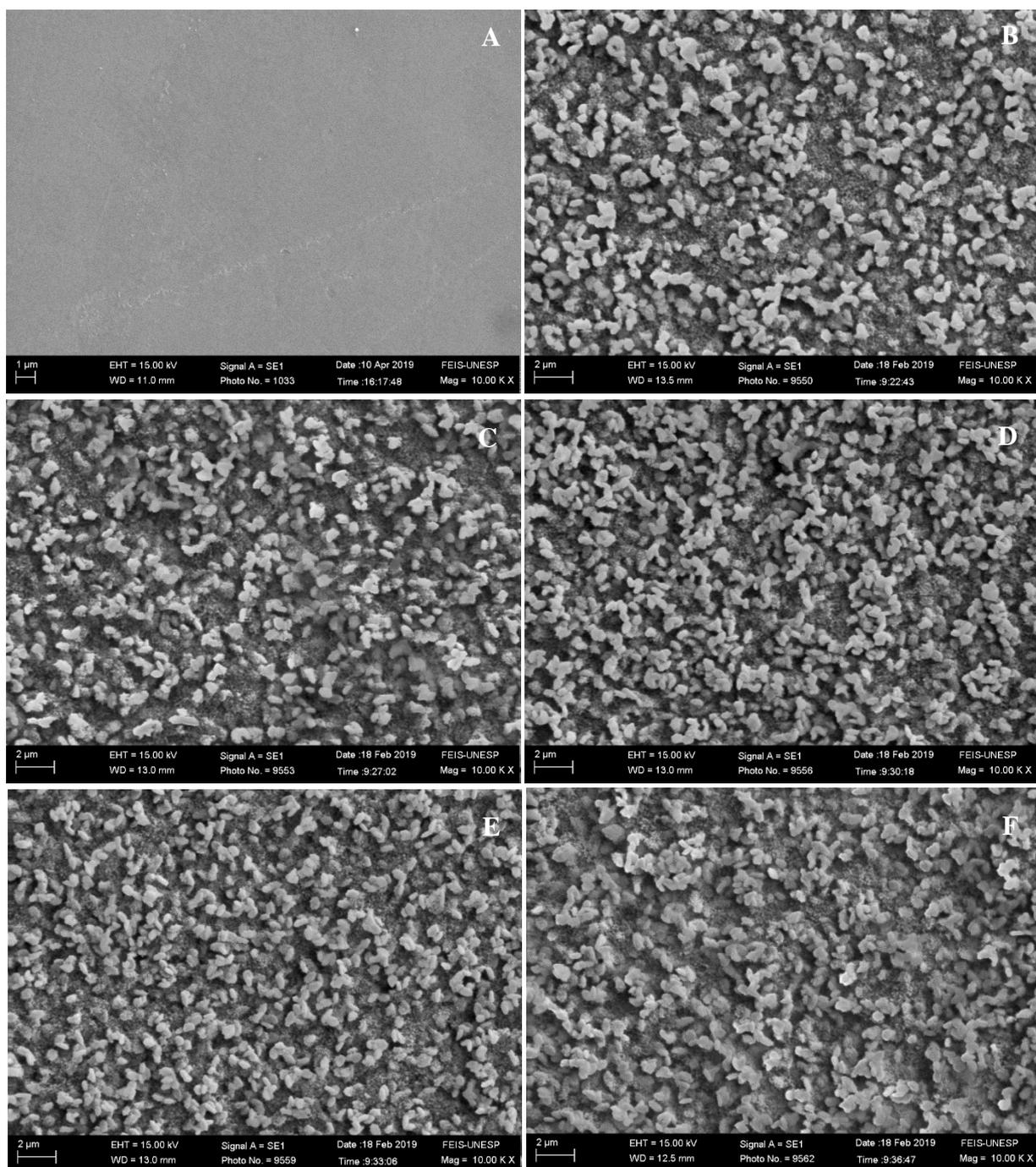


Figura 3: Imagens em microscópio confocal a laser 3D com aumento de 150x do material Vita Enamic. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 4 -



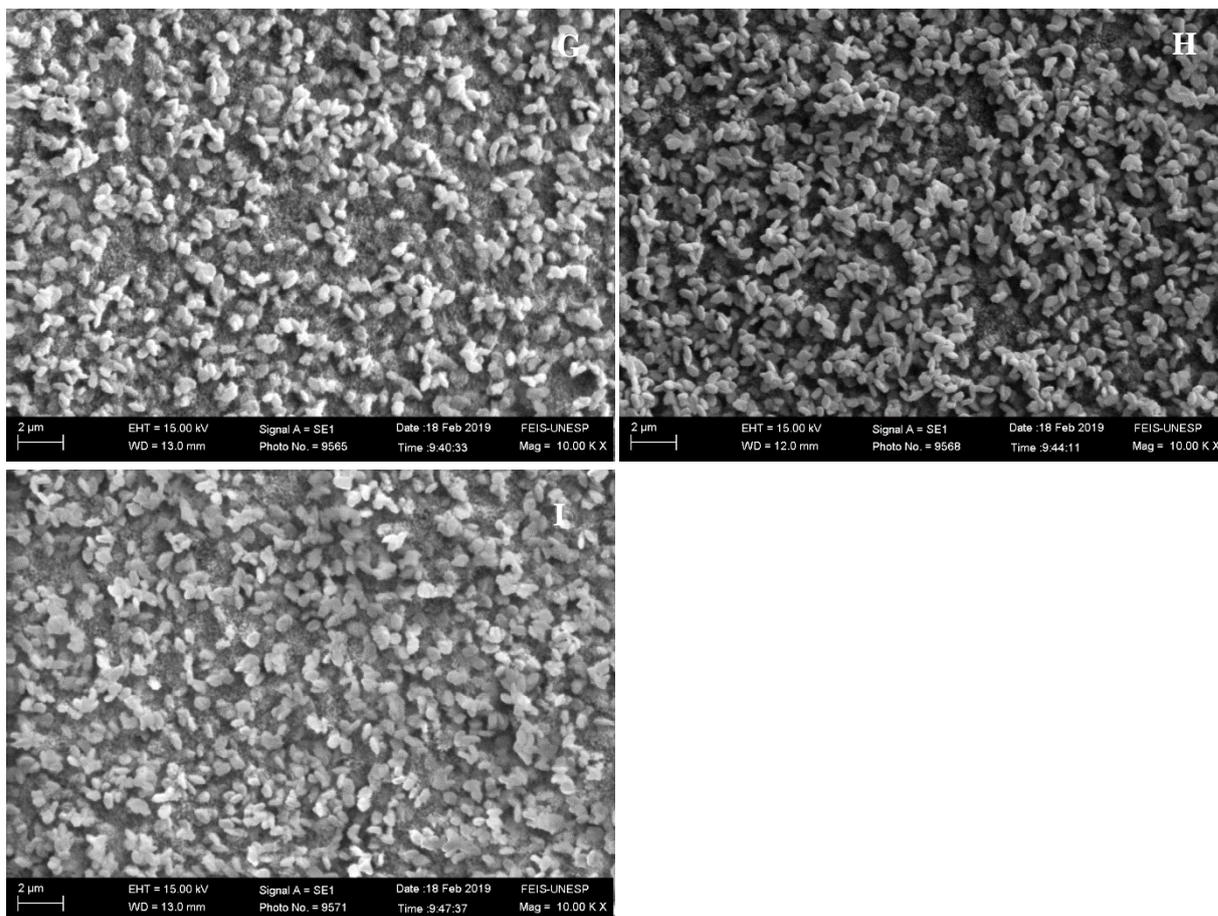
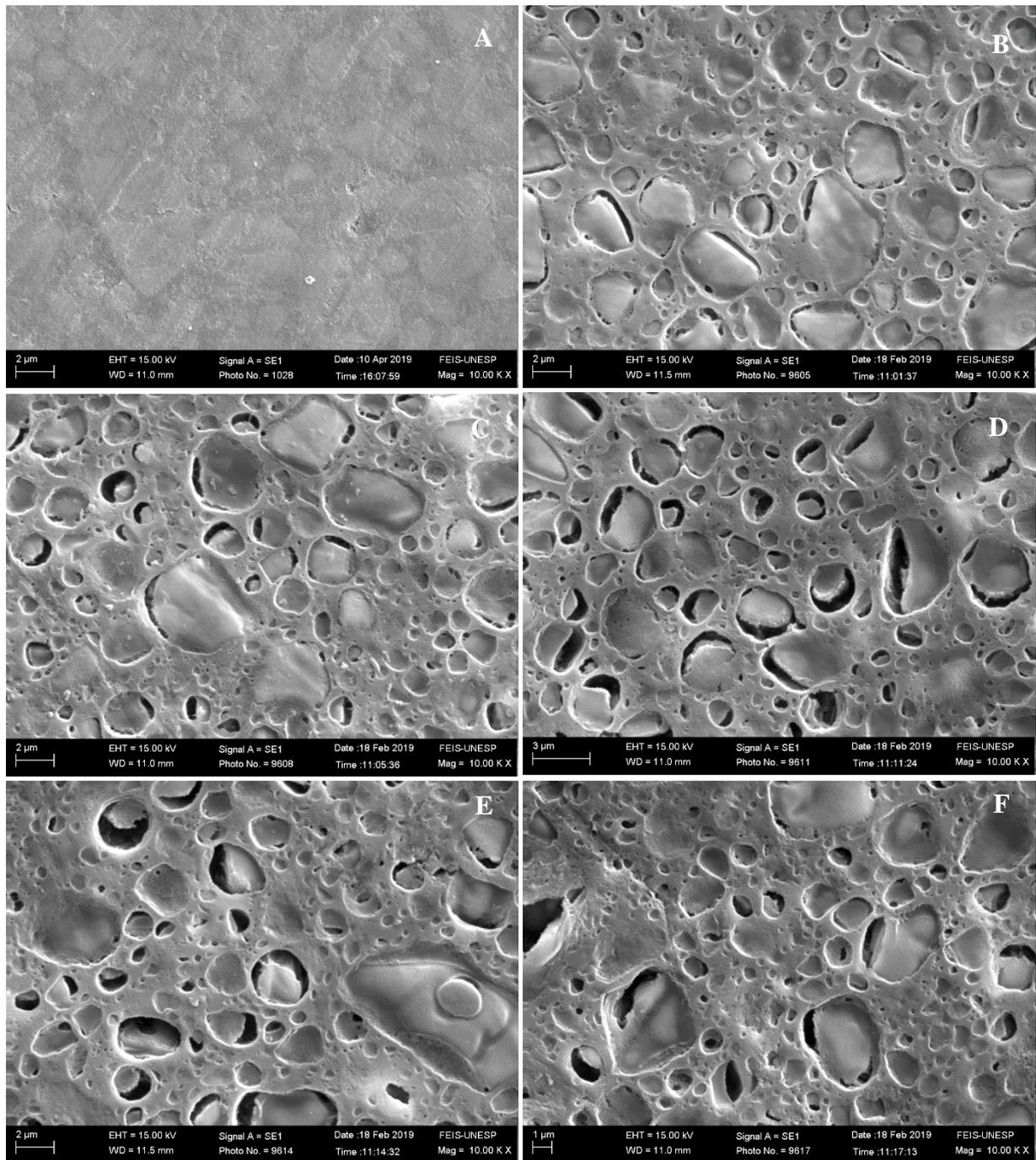


Figura 4: Imagens em microscópio eletrônico de varredura com aumento de 10.000x do material Celtra Duo. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 5 -



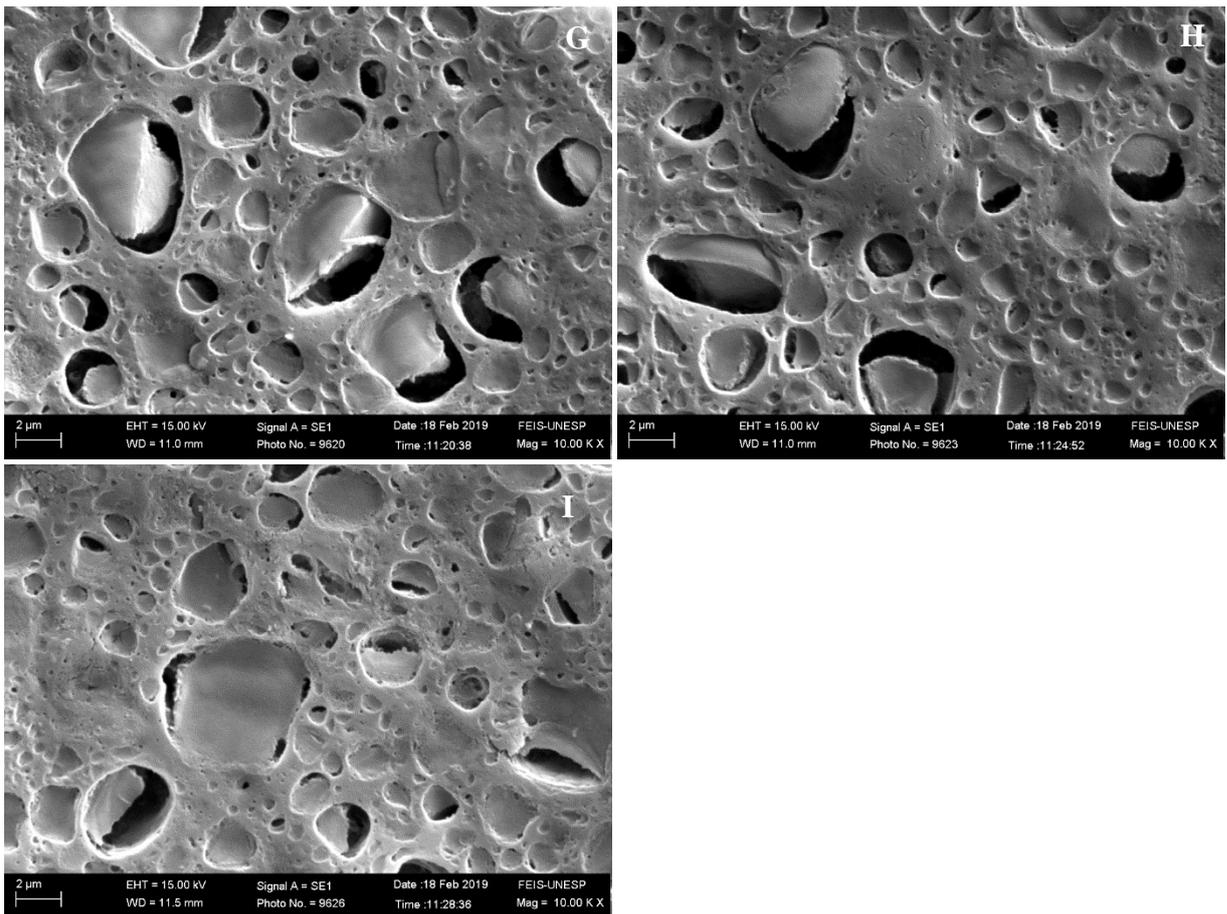
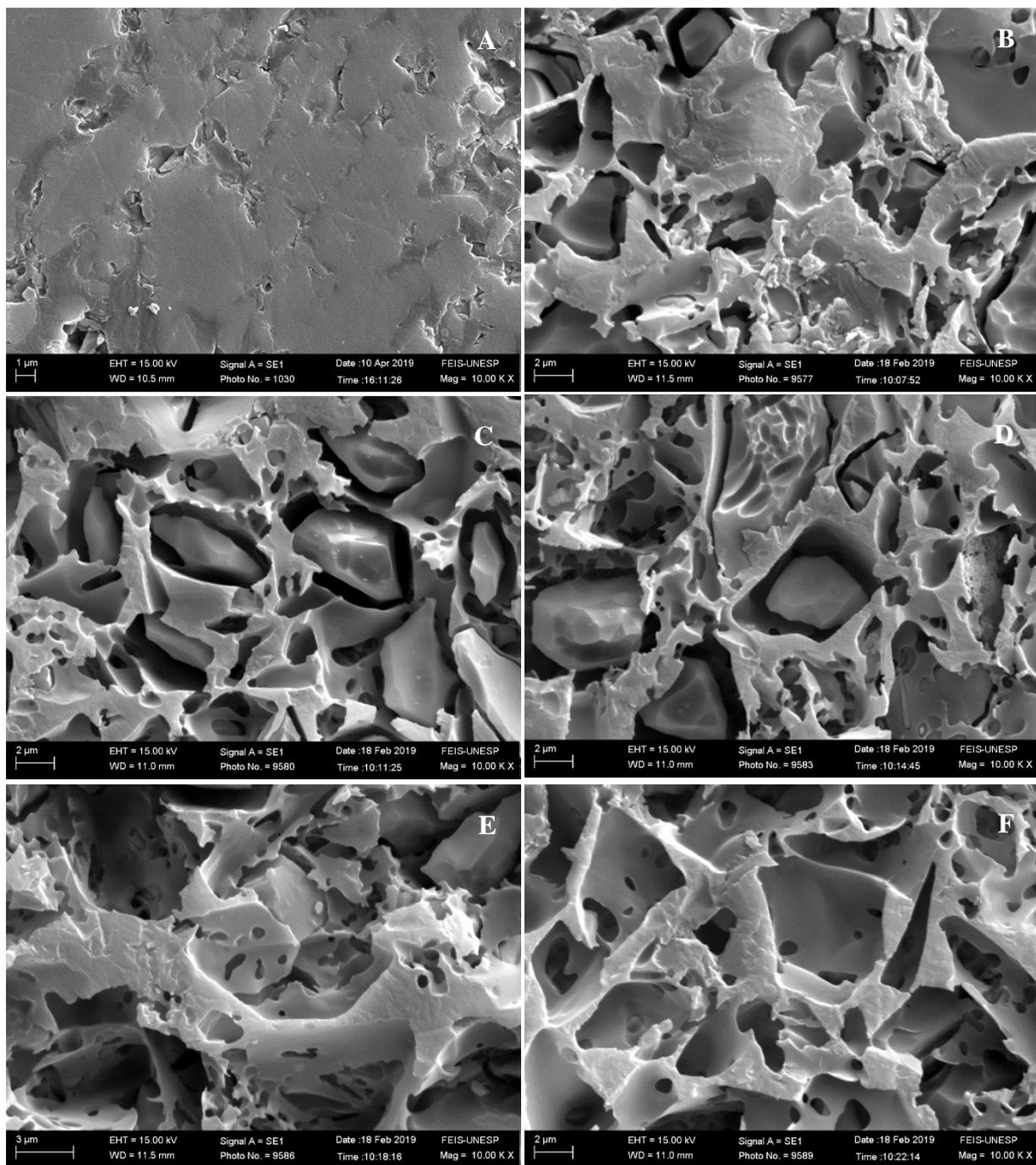


Figura 5: Imagens em microscópio eletrônico de varredura com aumento de 10.000x do material Lava Ultimate. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 6 -



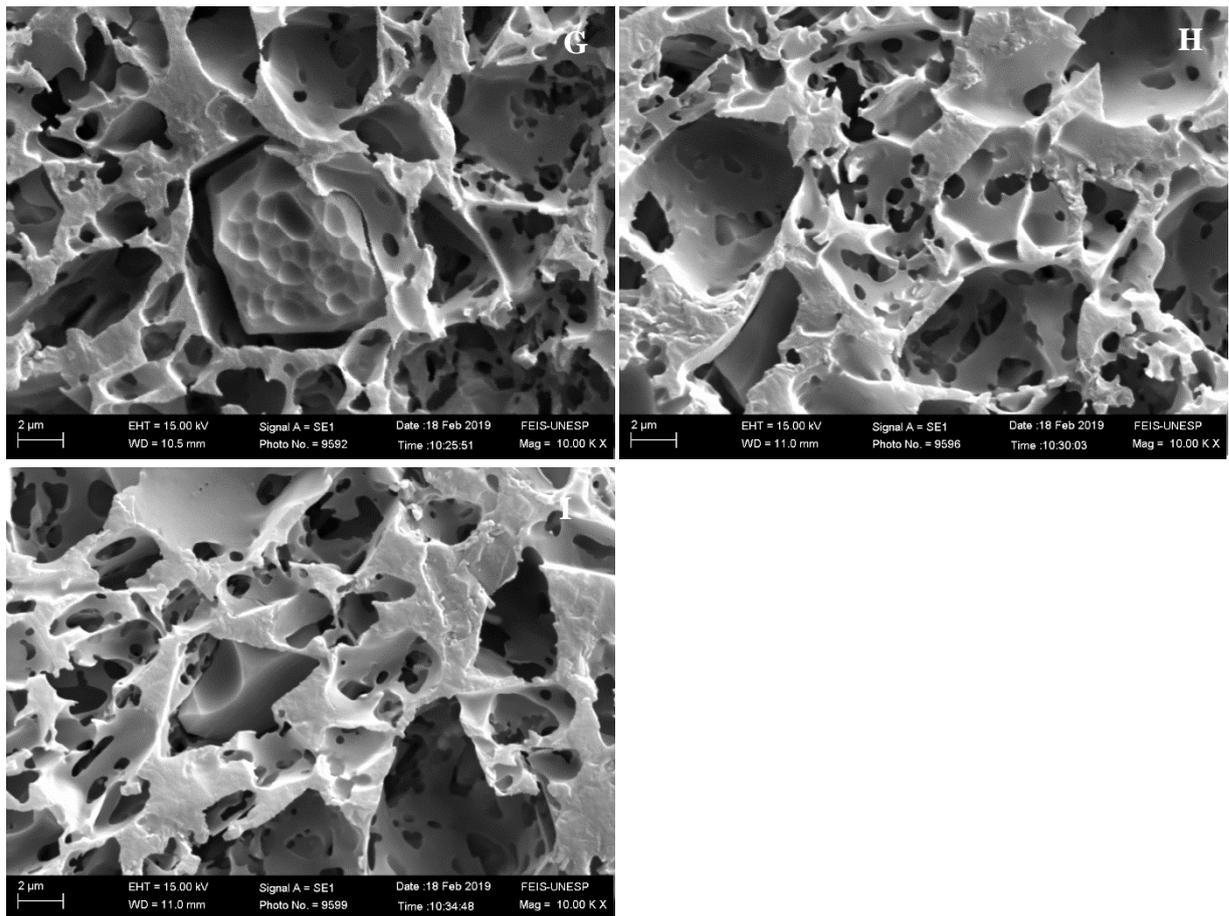
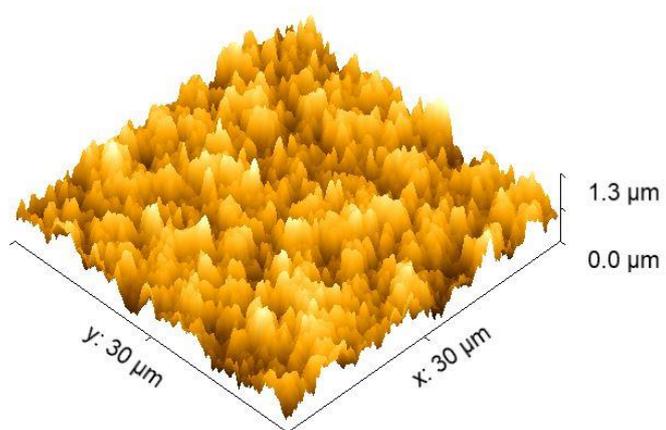
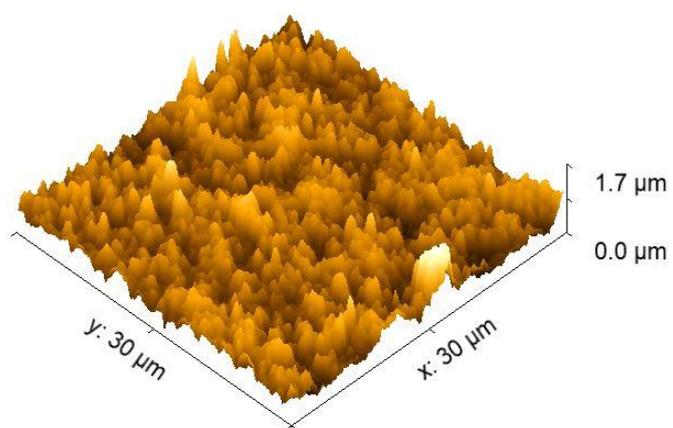
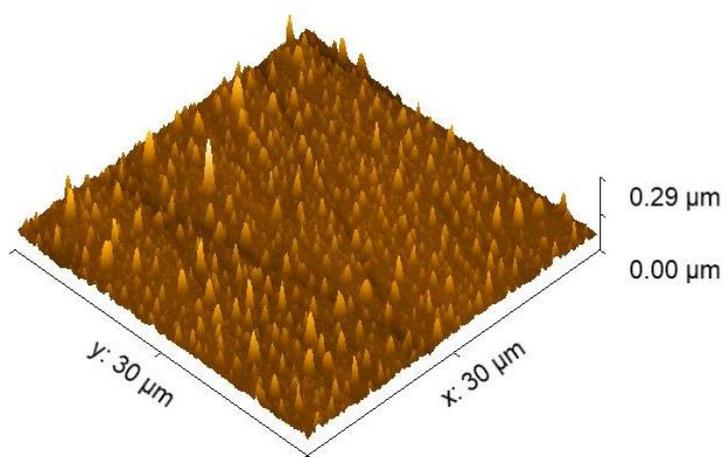
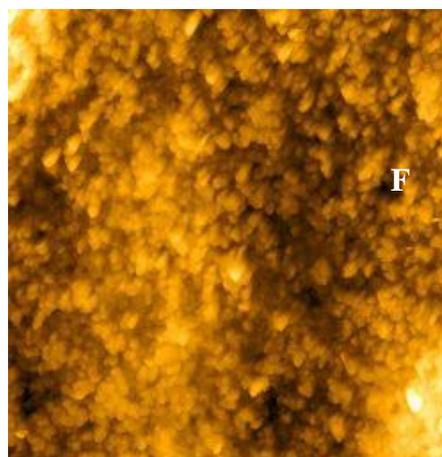
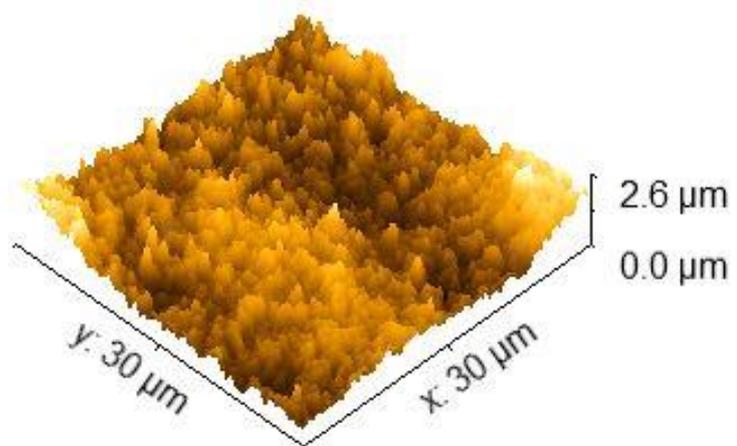
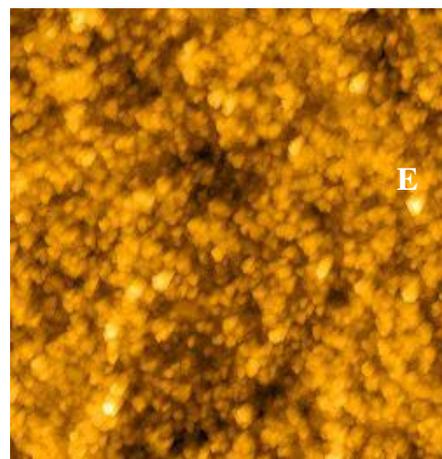
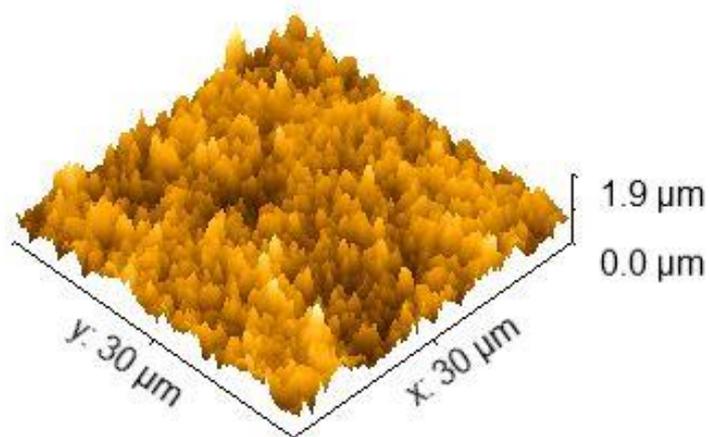
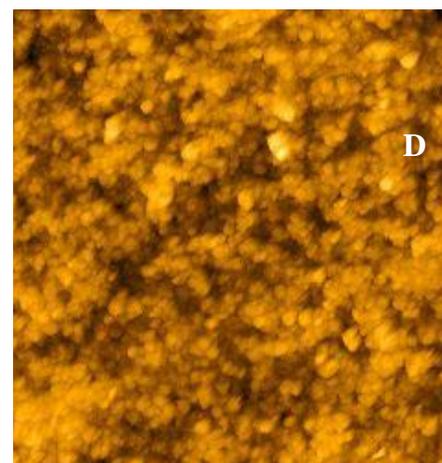
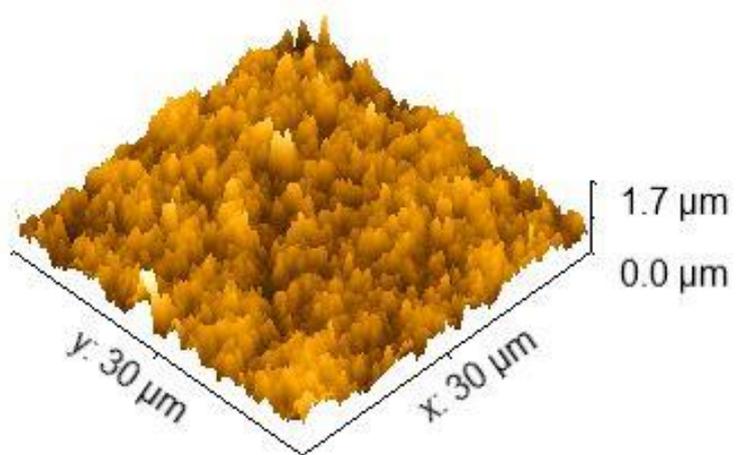


Figura 6: Imagens em microscópio eletrônica de varredura com aumento de 10.000x do material Vita Enamic. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 7 -





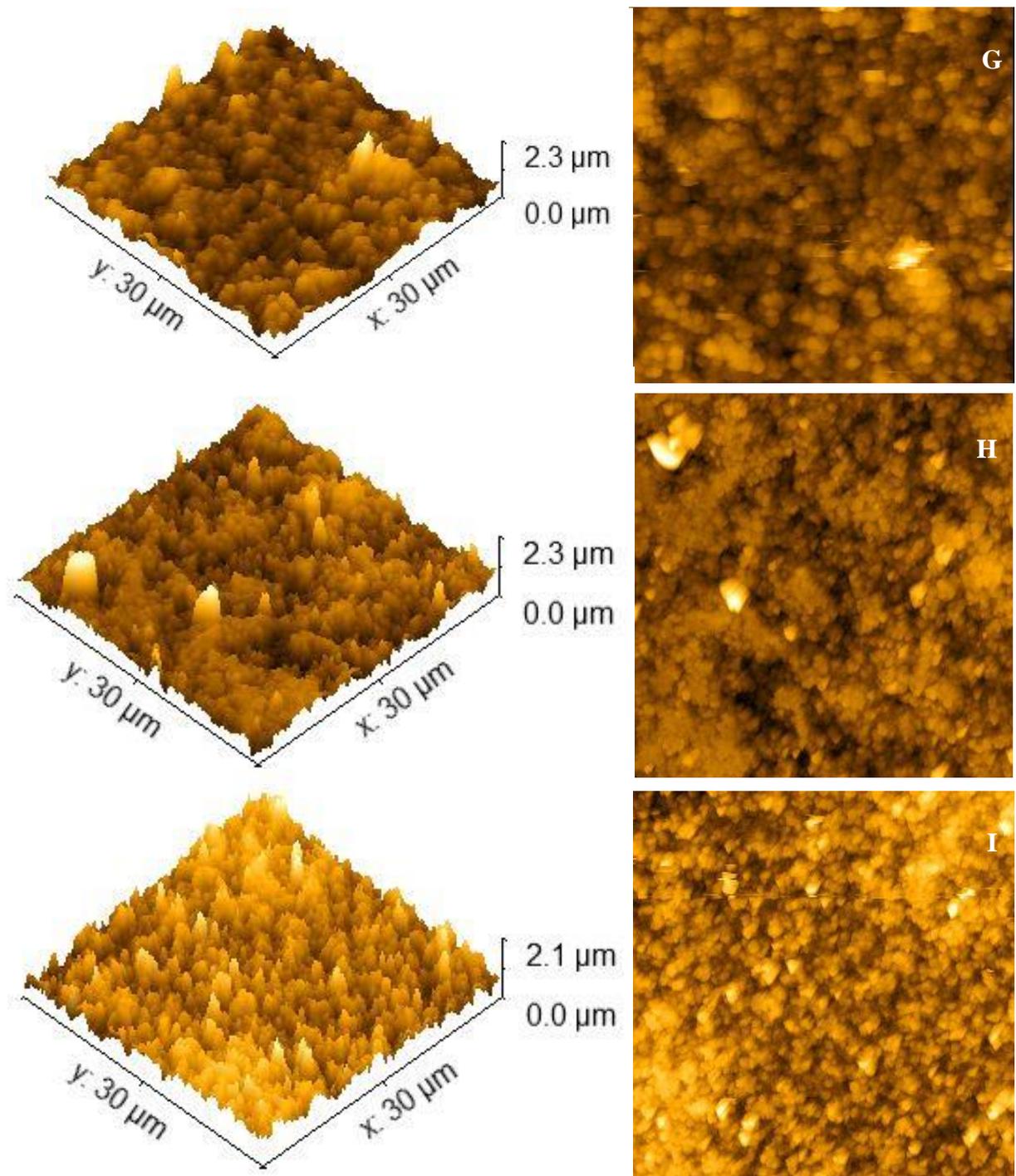
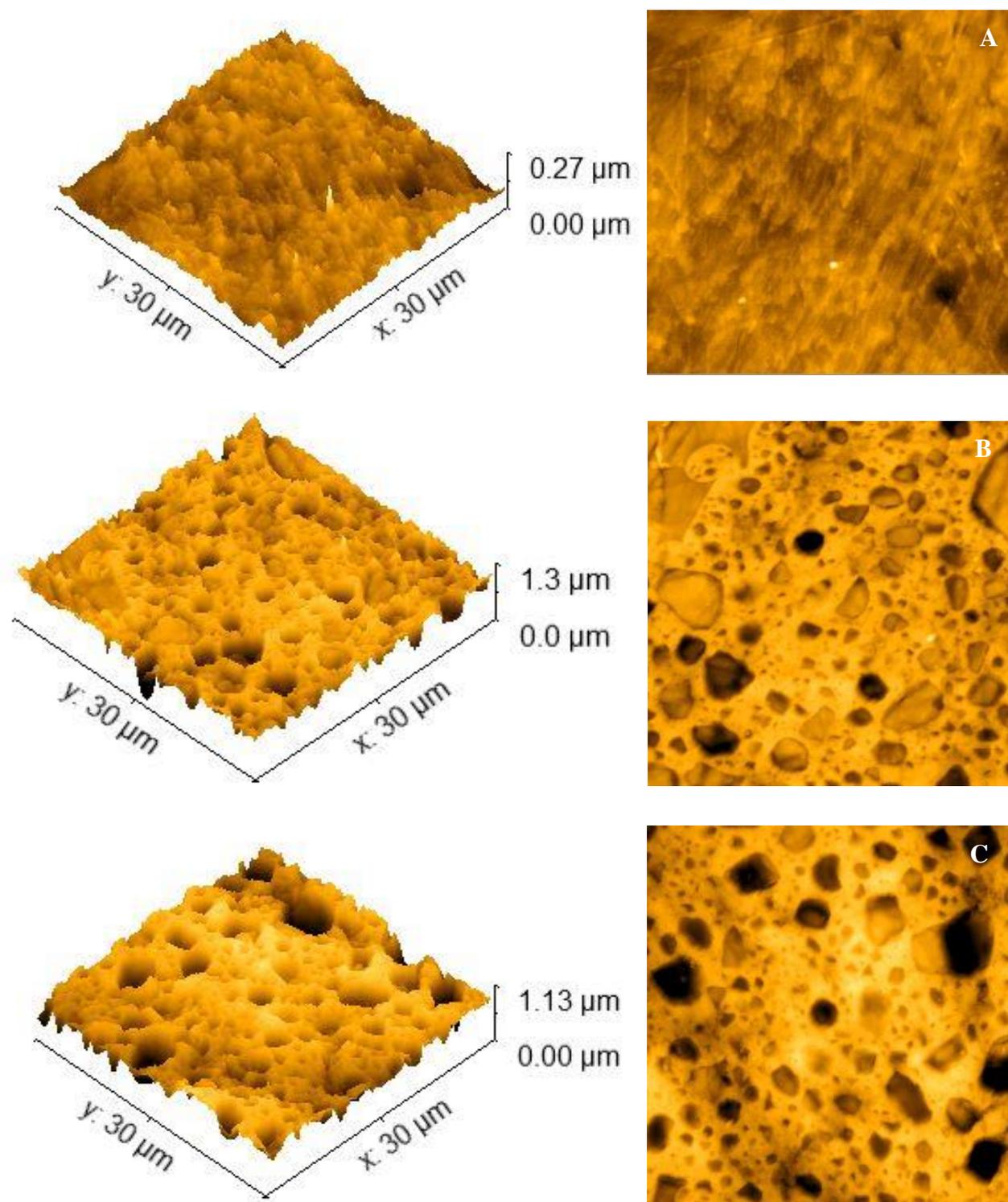
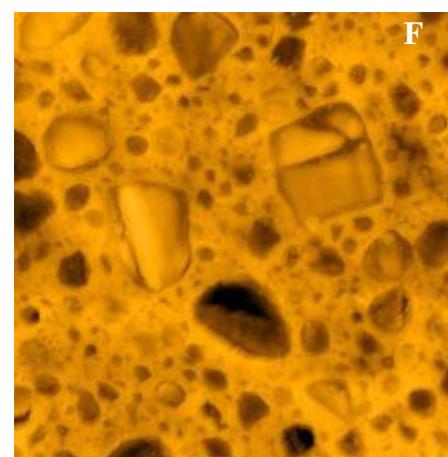
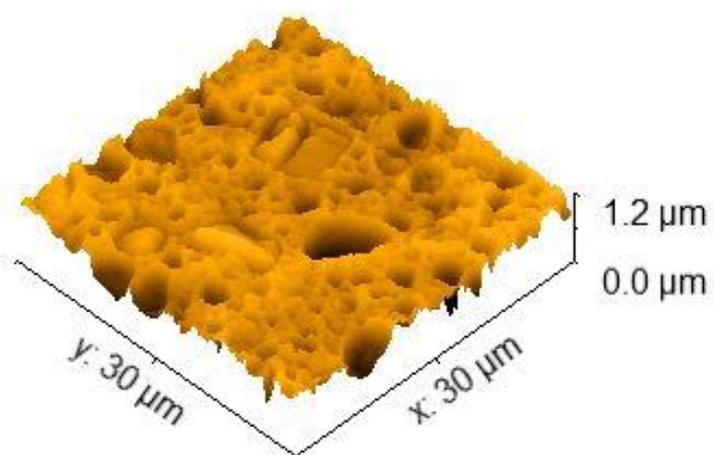
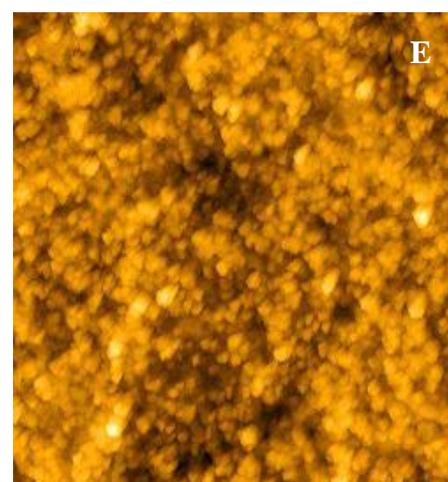
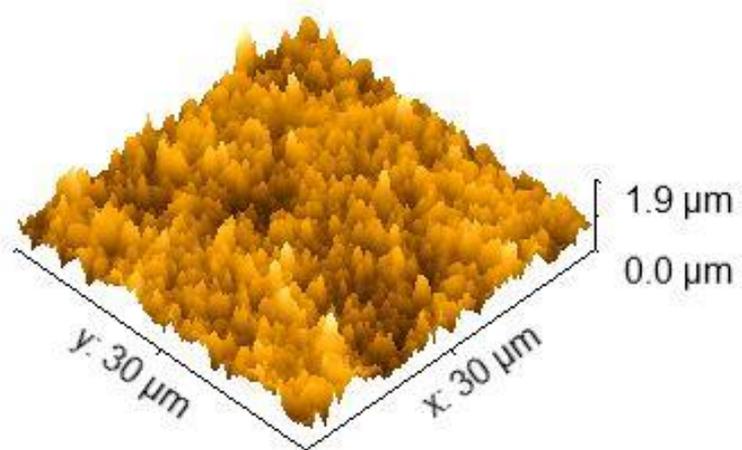
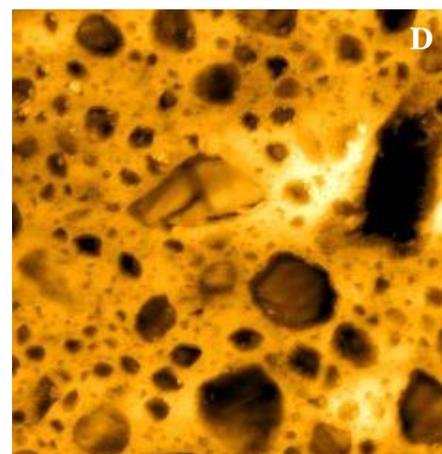
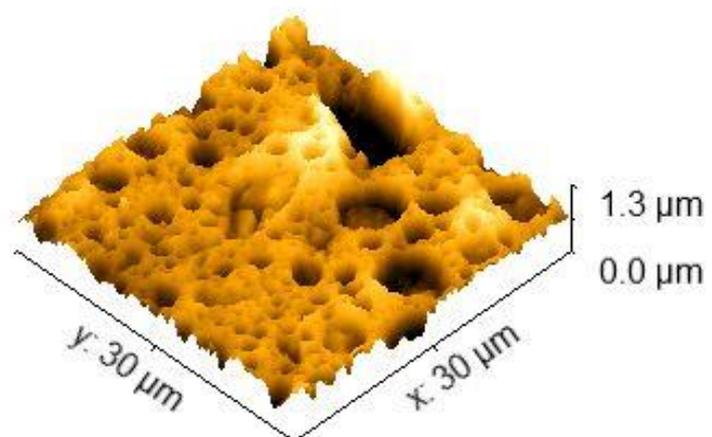


Figura 7: Imagens em microscópio de força atômica com aumento de 5.000x do material Celtra Duo. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Figura 8 -





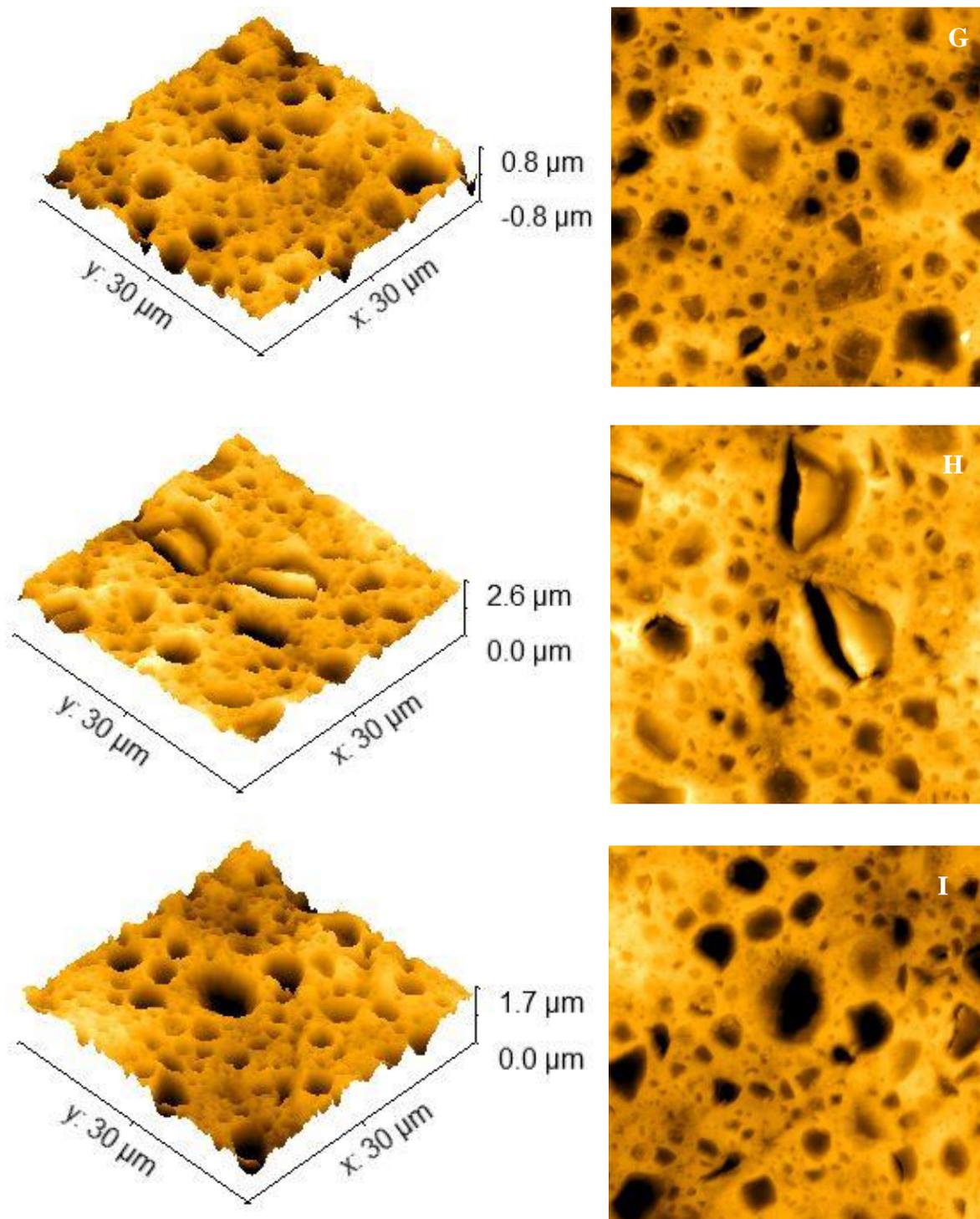
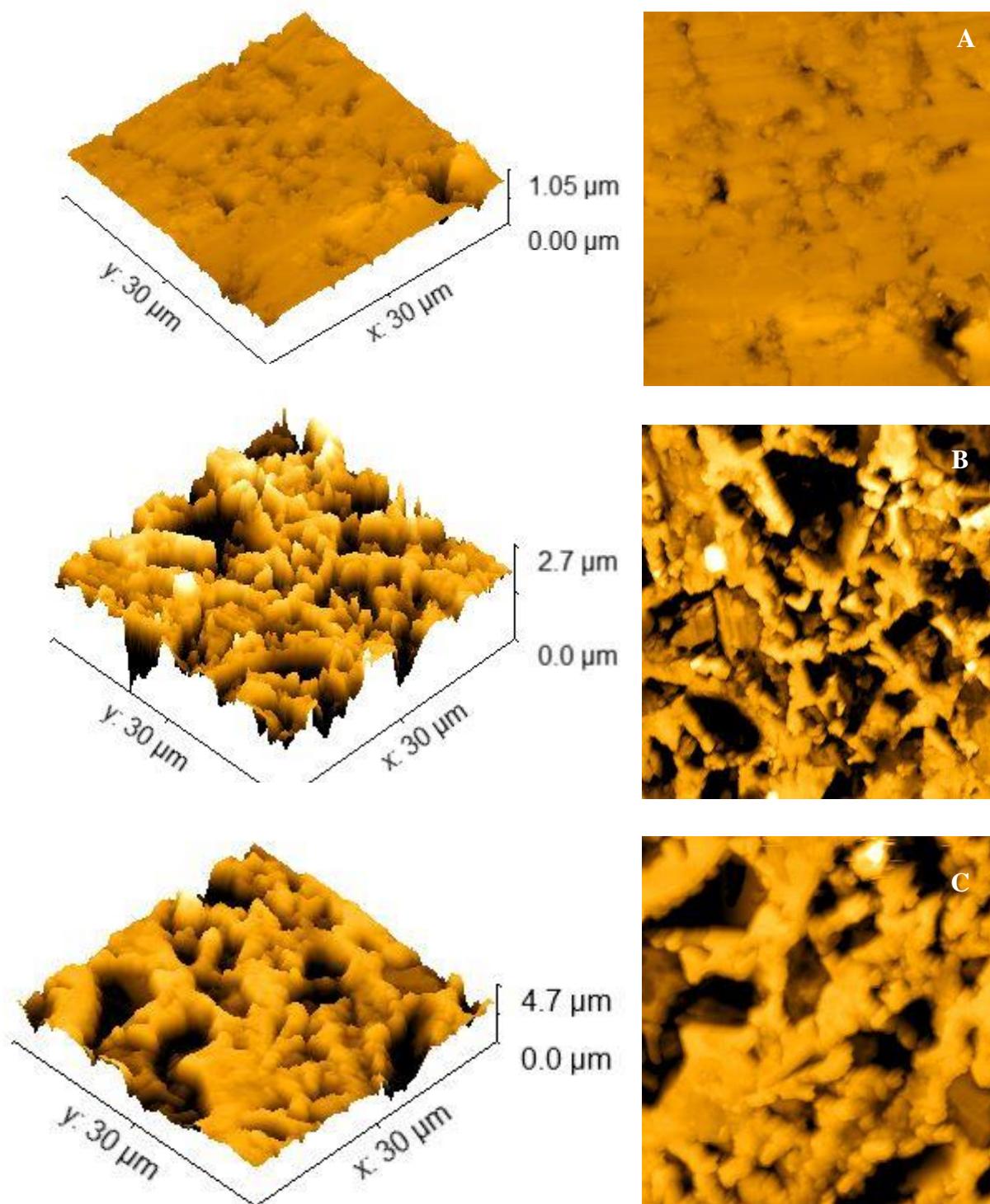
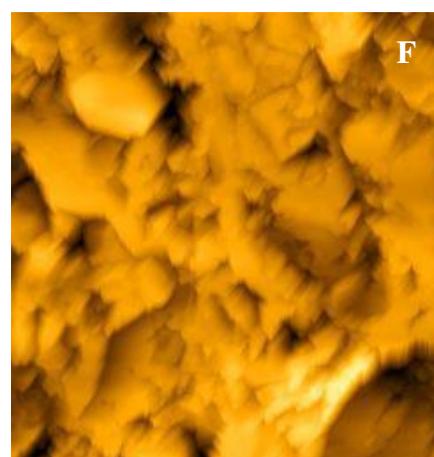
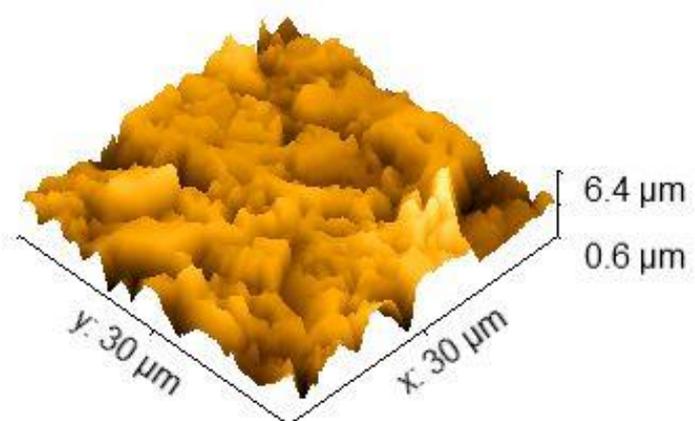
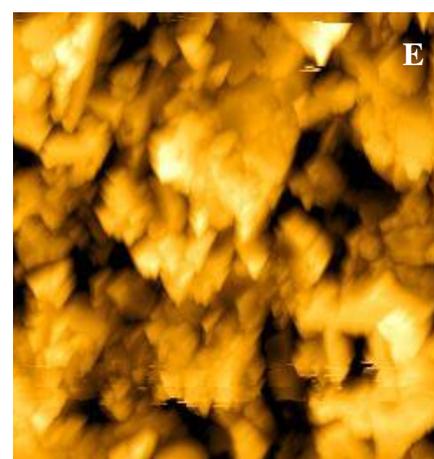
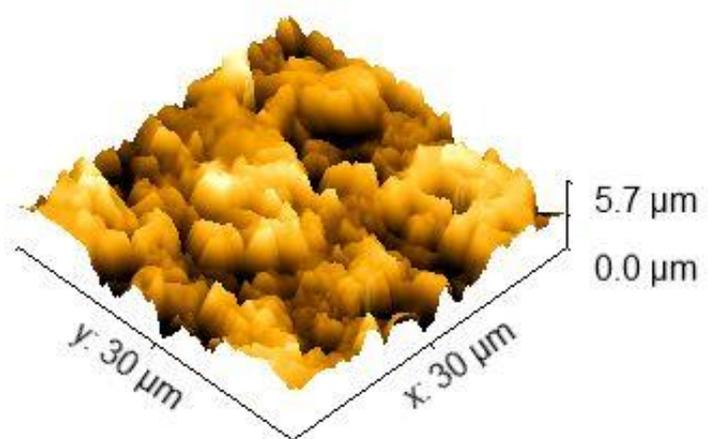
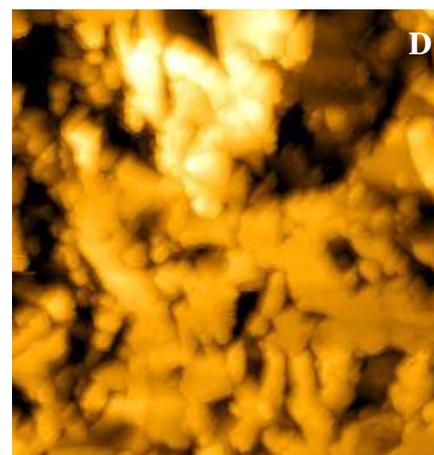
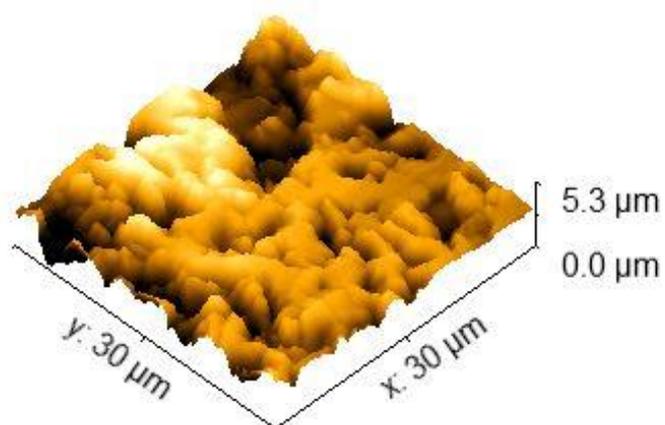


Figura 8: Imagens em microscópio de força atômica com aumento de 5.000x do material Lava Ultimate. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos

Figura 9 -





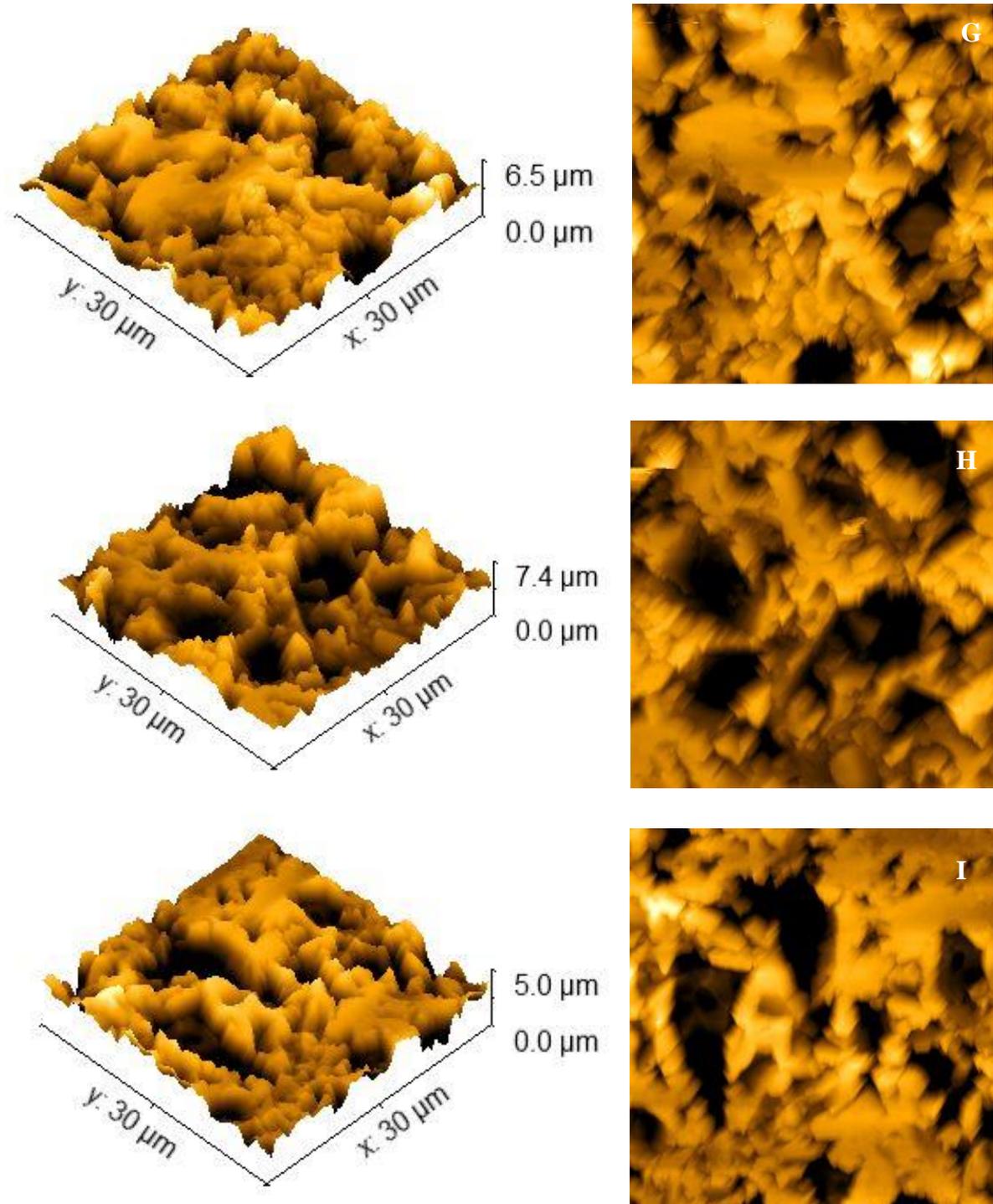
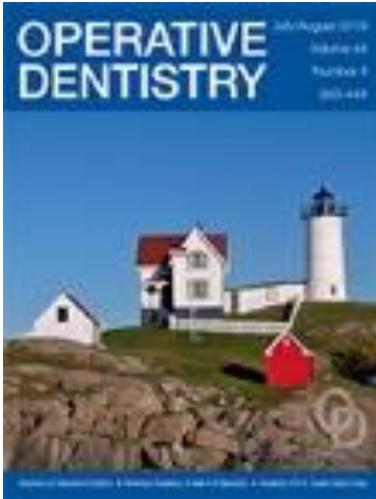


Figura 9: Imagens em microscópio de força atômica com aumento de 5.000x do material Vita Enamic. A. Controle, B. AHF 5% 20 segundos, C. AHF 5% 40 segundos, D. AHF 5% 60 segundos, E. AHF 5% 90 segundos, F. AHF 10% 20 segundos, G. AHF 10% 40 segundos, H. AHF 10% 60 segundos, I. AHF 10% 90 segundos.

Anexo A

Periódico de interesse para submissão

Operative Dentistry



Operative Dentistry

Circulation: 1.56

Specialty: Dentistry

Editor-in-Chief: Michael A Cochran

Online ISSN: 1559-2863

<https://www.jopdent.com/authors/authors.php>