

FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM DENTÍSTICA RESTAURADORA
DOUTORADO EM DENTÍSTICA RESTAURADORA

HELOÍSA PRESSI BETTIOL

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL À SUPERFÍCIE DE
MATERIAIS HÍBRIDOS PARA CAD/CAM**

Porto Alegre
2019

PÓS-GRADUAÇÃO - *STRICTO SENSU*



Pontifícia Universidade Católica
do Rio Grande do Sul

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM DENTÍSTICA RESTAURADORA
DOUTORADO EM DENTÍSTICA RESTAURADORA

HELOÍSA PRESSI BETTIOL

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL À
SUPERFÍCIE DE MATERIAIS HÍBRIDOS PARA CAD/CAM**

Porto Alegre

2019

HELOÍSA PRESSI BETTIOL

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL À
SUPERFÍCIE DE MATERIAIS HÍBRIDOS PARA CAD/CAM**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção título de Doutora em Odontologia, do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, área de concentração: Dentística Restauradora.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Júnior.

Porto Alegre

2019

Ficha Catalográfica

B565r Bettiol, Heloísa Pressi

Resistência de união de um sistema adesivo universal à superfície de materiais híbridos para CAD/CAM / Heloísa Pressi Bettiol . – 2019.

44.

Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCRS.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Júnior.

1. Ácido fluorídrico. 2. Óxido de alumínio. 3. Laser Er:YAG. 4. Resina nano cerâmica. 5. Cerâmica híbrida. I. Burnett Júnior, Luiz Henrique. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da PUCRS
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Bibliotecária responsável: Salete Maria Sartori CRB-10/1363

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu marido Matheus, que foi meu principal incentivador para concluir essa etapa. Muito obrigada por ser meu ponto de equilíbrio, pela compreensão e paciência nos momentos difíceis e por tanto amor!

A minha mãe Vanda, por sempre acreditar em mim e no meu potencial. Minha gratidão e amor!

A minha família Lisi, Wendel e Théo por acreditarem em mim e apoiarem em todos os momentos.

A toda família Bettiol: Aldir, Lenir, Camila, Eduardo, Lucas, Carol pelos momentos de convívio e incentivo sempre.

Ao meu orientador Prof. Luiz Henrique Burnett Junior, por todos esses anos de aprendizado e pelo exemplo que tento seguir na minha vida acadêmica.

A Faculdade de Odontologia da PUCRS e à Coordenadora do Programa de Pós-graduação em Odontologia da PUCRS, professora Maria Martha Campos pela oportunidade.

A todos professores do Programa de Graduação e Pós-Graduação, em especial aos professores: Ana Maria Spohr, Eduardo Gonçalves Mota, Deborah Stona e Julieta Tavares pelo incentivo e ensinamentos técnico-científicos.

Aos colegas de pós-graduação, pelos momentos de estudo e convivência na PUCRS.

A amiga e colega Cilea Slomp, por ter se tornado essa amiga tão especial. Obrigada por todos esses anos de amizade, que mesmo à distância conseguimos manter.

A funcionária Neusa, pelo carinho e auxílio durante a realização desse trabalho.

Ao prof. Carlos de Paula Eduardo da Faculdade de Odontologia da USP pela disponibilidade e presteza na irradiação das amostras com Laser de Er:YAG.

Aos colegas de docência do IDEAU pelos momentos de troca de experiências que compartilhamos e por terem se tornado a minha segunda família.

Aos meus alunos de Odontologia do IDEAU, que são meu combustível diário em busca de conhecimento. Com vocês meu sonho da docência se tornou realidade!

A Capes, pelo apoio financeiro através da bolsa de estudo.

Aos funcionários do Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise da PUCRS.

A todos amigos que torceram para que eu conseguisse chegar até aqui, meu sincero agradecimento. Muito obrigada!

“Veni, vidi, vici”
Júlio César (47 A.C.)

RESUMO

Objetivos: O presente estudo *in vitro* avaliou a resistência de união de um sistema adesivo universal à superfície de cimentação de materiais CAD/CAM híbridos submetidos a diferentes tratamentos: Laser Er:YAG, ácido fluorídrico 10% e jateamento com óxido de alumínio. Materiais e métodos: Cento e vinte amostras foram confeccionadas com dois materiais restauradores para CAD/CAM (Lava Ultimate e Vita Enamic) resultando em 60 amostras de cada material divididos em oito grupos (n=15): Lava Ultimate: LU – Controle, LAL - Jateamento com Al₂O₃, LAC - Ácido fluorídrico 10%, LER – Laser Er:YAG; Vita Enamic: EC – Controle, EAL - Jateamento com Al₂O₃, EAC - Ácido fluorídrico 10%, EER – Laser Er:YAG. Após os tratamentos de superfície as amostras receberam silano (exceto controle), o adesivo Single Bond Universal e sobre ele um cone de cimento resinoso RelyX Ultimate foi confeccionado. As amostras foram submetidas a teste de resistência de união à tração até ruptura e os padrões de falha foram analisados. Resultados: As maiores médias de resistência de união em MPa foram: EAL (65,94A ±43,54), EAC (63,78A ±40,1), LAC (56,40A ±22,5) seguidas de LU (44,50AB ±27,5), LAL (41,6AB ±23,84) e LER (35,93AB ±15,65). Os menores valores ficaram para os grupos EER (23,40B ±13,8) e EC (20,10B ±18,30). As médias seguidas de mesma letra não apresentam diferença estatística para ANOVA two-way e Tukey (p>0,05). A análise de falhas mostrou uma predominância de falhas adesivas para Lava Ultimate e falhas adesivas e coesivas para Vita Enamic. Conclusões: Não houve um tratamento mais eficaz para o Lava Ultimate em relação ao seu controle. Tanto condicionamento com ácido fluorídrico 10% quanto jateamento com óxido de alumínio se mostraram eficazes para o Vita Enamic.

Palavras-chave: Ácido fluorídrico, Óxido de alumínio, Laser Er:YAG, Resina nano cerâmica, Cerâmica híbrida.

ABSTRACT

Purpose: This *in vitro* study evaluated the tensile bond strength of a universal adhesive system to the surface of hybrid CAD/CAM materials treated with: Er:YAG laser, 10% fluoridric acid and Al₂O₃ sandblasting. **Material and methods:** One hundred and twenty samples were made with two restorative CAD/CAM materials (Lava Ultimate and Vita Enamic), resulting in 60 samples of each material, divided into 8 groups (n= 15) according to the surface treatments: Lava Ultimate: LU - Control, LAL - Sandblasting with Al₂O₃, LAC - 10% hydrofluoric acid, LER - Laser Er: YAG; Vita Enamic: EC - Control, EAL - Sandblasting with Al₂O₃, EAC - 10% hydrofluoric acid, EER - Laser Er: YAG. After the surface treatments the samples received silane (except control), and universal adhesive (Single Bond Universal) were applied and a resin cement RelyX Ultimate (3M ESPE) cone was built. The samples were submitted to tensile bond strength test until rupture between the materials and the failure patterns were analyzed. **Results:** The highest mean of bond strength in MPa were: EAL (65.94A ± 43.54), EAC (63.78A ± 40.1), LAC (56.40A ± 22.5) followed by LU (44.50AB ± 27.5), LAL (41.6AB ± 23.84) and LER (35.93AB ± 15.65). The lowest values were for EER (23,40B ± 13,8) and EC (20,10B ± 18,30) groups. The means followed by the same letter do not present statistical difference for ANOVA two-way and Tukey (p> 0.05). The failure analysis showed a predominance of adhesive failure for Lava Ultimate and adhesive and cohesive failures for Vita Enamic. **Conclusion:** There was no more effective treatment for Lava Ultimate in relation to its control. Both conditioning with 10% hydrofluoric acid and aluminum oxide sandblasting proved to be effective for Vita Enamic. **Keywords:** Hydrofluoric acid, Alumium oxide, Er:YAG Laser, Resin nanoceramic, Hybrid ceramic.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Descrição dos materiais CAD/CAM utilizados no estudo.....	21
Tabela 2 - Descrição dos materiais para tratamento de superfície utilizados neste estudo.....	22
Tabela 3 - Descrição do sistema de cimentação adesiva utilizado.....	22
Tabela 4 - Grupos experimentais.....	23
Tabela 5 - Comparativa dos protocolos de tratamento de superfície descritos pelos fabricantes para os materiais utilizados no estudo.....	24
Tabela 6 - Resultados de Tukey para tratamentos.....	28
Tabela 7 - Resultados de Tukey para tratamento e materiais.....	29
Tabela 8 - Modos de falha observados neste estudo.....	30

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Blocos de resina CAD/CAM utilizados neste estudo.....	21
Figura 2 - Metodologia empregada para confecção das amostras.....	25
Figura 3 - Amostra após confecção do cone de cimento resinoso.....	25
Figura 4 - Ensaio de resistência à tração em uma máquina de ensaio universal.....	26
Figura 5 - Imagens de MEV após tratamentos de superfície para Lava Ultimate.....	31
Figura 6 - Imagens de MEV após tratamentos de superfície para Vita Enamic.....	32

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MEV - Microscopia eletrônica de varredura
% – Porcentagem
CAD – Desenho guiado por computador
CAM – Fabricação guiada por computador
et al. – Abreviatura de et alii (e outros)
min – Minuto
mm – Milímetro
mm/minuto – Milímetro por minuto
n – Número de corpos de prova
 p – Valor de probabilidade
PUCRS – Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
MPD – Metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato
In Vitro – Em vidro / fora dos sistemas vivos
Al₂O₃ - Óxido de Alumínio
 μm – Micrômetro
MPa – Megapascal
mW/cm² – Miliwatt por centímetro quadrado
N – Newton
rpm - Rotações por minuto
Er:YAG - Érbio, ítrio, alumínio, granada
mJ - Milijoule
Hz - Hertz
psi - Libra por polegada quadrada (unidade de pressão)
°C - Graus Celsius
RNC - Resina nano cerâmica
FPBS - Testes de flexão de quatro pontos
Fig. - Figura
HF - Ácido hidro fluorídrico
SBU - Single Bond Universal
Er,Cr:YSGG – Érbio cromo, ítrio escândio, galio e granada)
Nd:YAG – Neódimio, ítrio, alumínio, granada

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1 Materiais híbridos CAD/CAM	14
2.2. Tratamentos de superfície	16
2.3 Uso de laser como alternativa aos tratamentos de superfície	18
3 PROPOSIÇÃO E HIPÓTESES	21
4 MATERIAIS E MÉTODOS	22
4.1 Materiais	22
4.2 Metodologia	24
4.2.1 Confecção das amostras	24
4.2.3 Aplicação cimento resinoso	25
4.2.5 Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura	27
4.2.6. Análise Estatística	28
5 RESULTADOS	29
Análise Estatística	29
Modos de Falha	30
Microscopia Eletrônica de Varredura	31
6 DISCUSSÃO	34
7 CONCLUSÕES	39
8 REFERÊNCIAS	40

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos têm sido largamente utilizados na odontologia devido às vantagens que proporcionam, como o fato de possuírem boa estabilidade química, biocompatibilidade, maior resistência ao desgaste e propriedades mecânicas melhoradas quando comparadas com as resinas compostas.¹

O surgimento de materiais cerâmicos para CAD/CAM tem trazido diversas vantagens, como, por exemplo, a melhora da adaptação das peças protéticas aos dentes, a rapidez de confecção devido à eliminação de etapas laboratoriais permitindo sessão única.^{2,3,4} Entre os sistemas CAD/CAM, o CEREC (*Chairside Economical Restoration Esthetic Ceramic*) possibilita a utilização de blocos cerâmicos ou de compósitos, entre outros materiais.^{2,5}

O uso odontológico de cerâmicas convencionais já está consagrado com altas taxas de sucesso.^{6,7,8} Entretanto, alguns autores sugerem a associação de materiais com propriedades similares à dentina, como resinas compostas associadas às cerâmicas feldspáticas combinando assim as propriedades de ambos os materiais.^{3,9,10,11} Esses novos materiais híbridos tornam-se similares ao dente pela distribuição biomecânica das forças mastigatórias podendo proporcionar maior longevidade clínica, e talvez ficar muito próximos de um material ideal.³ Dentre esses novos materiais introduzidos no mercado podemos citar o Lava Ultimate e o Vita Enamic.¹²

O Lava Ultimate é classificado como uma resina nano cerâmica e consiste em cerca de 80% em peso de partículas nano cerâmicas incorporadas em uma matriz orgânica altamente polimerizada.¹³ O Vita Enamic é classificado como uma cerâmica híbrida e possui em sua composição uma rede cerâmica dominante (86%) reforçada com uma rede polimérica (14%), sendo que ambas se atravessam totalmente.¹⁴

A estabilidade em relação a resistência de união das restaurações indiretas é um fator essencial para garantir as taxas de sucesso a longo prazo e isso pode ser alcançado com tratamentos micromecânicos e químicos da superfície no processo de cimentação adesiva.^{14,15} As cerâmicas odontológicas como as feldspáticas, leucita e dissilicato de lítio necessitam de ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio para permitir procedimentos de adesão.¹⁶

O condicionamento com ácido fluorídrico cria uma superfície retentiva pela dissolução da fase vítrea, além de promover a limpeza da superfície. O uso associado

de um silano aumenta a molhabilidade da superfície e promove uma ligação covalente entre a sílica da cerâmica e os grupos metacrilato da resina.¹⁷ Já os tratamentos utilizando jateamento com óxido de alumínio promovem uma superfície rugosa e irregular aumentando a retenção micromecânica com o aumento da área de superfície.¹⁸

As resinas nano cerâmicas do tipo Lava Ultimate demonstraram problemas na manutenção de cimentação principalmente em casos de coroas totais. Os métodos convencionais de condicionamento de superfície não têm sido suficientes para produzir alterações significativas na topografia de superfície desse material devido às elevadas taxas de conversão de monômeros em polímeros. Assim, embora diversos estudos reportem sobre tratamentos de superfície, suas vantagens e desvantagens, ainda não há um consenso sobre o melhor tratamento para aumentar a resistência de união desse material. Um tratamento adicional talvez possa criar uma superfície mais suscetível à retenção micromecânica bem como a sistemas adesivos e cimentos resinosos.^{9,19}

A irradiação com laser para tratamento superficial tem sido estudada como uma alternativa aos tratamentos de superfície, uma vez que o uso de laser Er:YAG tem mostrado melhora na resistência de união entre materiais cerâmicos e cimentos resinosos em restaurações indiretas, sendo capaz de modificar a superfície da cerâmica.^{20,21} Resinas compostas indiretas como Belleglass e Targis Vectris tratadas com laser Er:YAG apresentam um aumento na resistência de união dos sistemas adesivos.²² Transpondo esses dados, talvez o uso do laser Er:YAG previamente a cimentação possa aumentar os valores de resistência de união do Lava e da Vita Enamic em comparação com tratamentos tradicionais, como condicionamento com ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Materiais híbridos CAD/CAM

Os novos materiais restauradores híbridos CAD/CAM, unem as propriedades das resinas compostas, como maior maleabilidade e flexibilidade, são menos abrasivas para a dentição oposta, e permitem ajustes adicionais; e as propriedades das cerâmicas, que possuem características estéticas superiores, são mais resistentes ao desgaste, mais biocompatíveis e resistentes à descoloração; no entanto, são mais frágeis, causam desgaste excessivo à dentição oposta e são mais suscetíveis à fraturas.^{3,10}

Esses materiais foram relatados por alguns autores como sendo os que mais se assemelham às propriedades dos dentes naturais em comparação com os materiais restauradores dentários existentes. As propriedades mecânicas também parecem ser semelhantes às da dentina humana.^{3,9}

Awada *et al.*¹⁰ realizaram um estudo com objetivo de verificar e comparar as propriedades flexurais dos materiais cerâmicos Lava Ultimate, Vita Enamic, Cerasmart, IPS Empress CAD, Vitablocks Mark II e Paradigm MZ100. Foram realizados testes de resistência à flexão, módulo de flexão e módulo de resiliência. Através dos resultados os autores concluíram que a nova geração de materiais à base de polímeros, como Lava Ultimate e Vita Enamic tende a ser menos frágil e mais flexível em comparação com as cerâmicas e as propriedades se aproximam da dentina humana. Concluíram ainda que esses materiais por terem maior módulo de resiliência são capazes de absorver mais energia antes de se deformar ou falhar permanentemente.

O processamento desses materiais em um ambiente industrial controlado, reduz possíveis fontes de defeitos criados durante etapas laboratoriais intermediárias e os protocolos de polimerização durante a confecção são otimizados, normalmente incluindo o uso de luzes potentes por períodos prolongados de tempo para atingir altos graus de conversão.^{11,23} O aumento do grau de polimerização resulta na otimização das propriedades mecânicas desses materiais. Ainda, são materiais menos suscetíveis ao manchamento do que as resinas compostas diretas e comparáveis às cerâmicas nesse quesito.²⁴

O Lava Ultimate, definido pelo fabricante como uma resina nano cerâmica, possui cerca de 80% de partículas nano cerâmicas, que são incorporadas

em uma matriz orgânica altamente polimerizada.¹³ Essas nanopartículas possuem integridade estrutural que permite que uma alta carga cerâmica seja contida nos blocos, proporcionando grande resistência à fratura e ao desgaste. Materiais como o Lava Ultimate tem resistência à fadiga comparável com materiais cerâmicos.²⁵ Já o Vita Enamic é definido como uma cerâmica híbrida e possui uma rede cerâmica dominante (86%) reforçada com uma rede polimérica (14%).²⁶

Belli *et al.*²⁶ realizaram um estudo com o objetivo de realizar a caracterização microestrutural e de fases de oito materiais CAD/CAM. Os autores encontraram nas imagens de MEV para Vita Enamic após condicionamento uma fase vítrea parcialmente dissolvida revelando partículas cristalinas de até 10µm e exposição de limites da rede polimérica resistentes ao ácido. Lava Ultimate foi condicionada para ver contraste entre partículas e matriz polimérica. Partículas irregulares e aglomerados de partículas até 10µm foram observados, com regiões ao redor das partículas suscetíveis ao ataque ácido. Ainda, para Lava uma alta conversão de monômero foi confirmada e observou-se ao lado de cargas de sílica comuns uma quantidade considerável de nanopartículas de zircônia. Observaram em relação aos dois materiais uma diferença na estrutura interna, sendo que enquanto o primeiro é construído por infiltração de resina em cerâmica porosa, o último consiste em nano partículas cerâmicas de tamanhos diferentes misturadas a uma matriz de resina.

Zimmermann *et al.*²⁷ realizaram uma avaliação clínica do desempenho de restaurações indiretas confeccionadas com Lava Ultimate por 24 meses. Os resultados mostraram taxa de sucesso de 85,7% após os 24 meses, sendo a maior causa de falhas a descolagem das restaurações. Nas falhas de descolagem relatadas no estudo, o cimento recobria a superfície do dente. Para os autores, a alta elasticidade do material restaurador pode resultar em estresse na interface de cimentação e conseqüentemente resultar em descolagem. O fato de que o fabricante limitou a indicação clínica de Lava para coroas e na orientação de preparar o dente priorizando a máxima retenção mecânica parece ser relevante em relação a isso. Os autores concluíram que os materiais indiretos nano cerâmicos tem uma resistência de união limitada e podem, portanto, ser mais susceptíveis a falhas de adesão se o protocolo de união não for respeitado corretamente.

Schepke *et al.*²⁸ em seu estudo clínico avaliaram a cimentação de coroas confeccionadas em Lava Ultimate sobre *abutments* de zircônia. Os resultados mostraram falhas adesivas entre as coroas e os *abutments* em 80% dos casos após

1 ano, seguidas de falhas catastróficas em 3 dos casos (6%), sendo que somente 14% das coroas sobreviveram após esse período. Os autores acreditam que as falhas se devem às características do material (Lava Ultimate) e não ao cimento resinoso utilizado (Lava Ultimate em combinação com Scotchbond Universal). Como o complexo implante/pilar não apresenta quase nenhuma resiliência, a maior parte da deformação elástica resultante das forças de mastigação ocorre dentro da coroa da resina nano cerâmica e pode ser transformada em concentrações de tensão na camada adesiva. Como consequência, a descolagem ocorre no que é supostamente o ponto mais fraco, a interface do cimento com a zircônia.

2.2. Tratamentos de superfície

O tratamento da superfície cerâmica promove alterações na topografia, criando micro porosidades e rugosidades, o que permite o aumento da área superficial disponível para adesão, favorece o embricamento mecânico para retenção do agente de união e ainda possibilita um melhor molhamento, pelo aumento da energia de superfície.²⁹

As principais formas de tratamento de materiais cerâmicos são com uso de ácido fluorídrico e jateamento com partículas. Com o uso de ácido fluorídrico a capacidade do cimento resinoso interpenetrar os defeitos superficiais cerâmicos introduzidos pelo condicionamento cria uma camada composta de resina e cerâmica, que é responsável pelo efeito de fortalecimento da cerâmica. Já o jateamento é indicado para se obter resistência de união suficiente entre resinas e cerâmicas. Nele as partículas são movidas em um fluxo de ar e se chocam contra a superfície interna das restaurações cerâmicas formando uma superfície rugosa que fornece algum grau de intertravamento mecânico com o adesivo. Um aumento na rugosidade aumenta a área de superfície para colagem.³⁰ Uma revisão de literatura de Spitznagel *et al.*⁹ mostrou que o jateamento com partículas é o tratamento mais indicado para aumentar os valores de resistência de união aos novos materiais cerâmicos/poliméricos, porém alegam que há falta de estudos avaliando tratamentos de superfície para esses materiais. Os autores não encontraram nenhuma evidência científica referente aos protocolos de adesão apropriados para novos materiais cerâmicos/poliméricos.

Alp *et al.*³¹ realizaram uma pesquisa com objetivo de avaliar a rugosidade de superfície após diferentes tratamentos de superfície para Lava, Vita Enamic e Cerasmart e a resistência de união considerando material, cimento resinoso,

tratamento de superfície e envelhecimento. Foram confeccionados 144 cilindros dos materiais restauradores e submetidos à tratamentos com jateamento e silicatização, seguidos de medição da rugosidade superficial. As amostras receberam dois tipos de cimentos sobre elas: dual e fotopolimerizável e foram submetidas a 5000 ciclos em termociclagem. A resistência de união e os modos de falha foram avaliados. Para Lava o jateamento combinado com um cimento resinoso dual contendo MDP mostrou ser vantajoso em relação à resistência de união. Para Vita o jateamento combinado com um cimento fotopolimerizável mostrou melhores resultados. Os autores concluíram que os tratamentos de superfície e o tipo de cimento resinoso afetam a resistência de união e a rugosidade superficial do Lava e Enamic.

Kömürçüoğlu et al.³² realizaram um estudo *in vitro* para avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície (controle, ácido fluorídrico, ácido fluorídrico e adesivo universal, jateamento, jateamento e adesivo universal) na resistência de união entre o cimento resinoso dual e diferentes materiais restauradores híbridos CAD/CAM com testes de flexão de quatro pontos (FPBS). O tratamento com jateamento e adesivo universal foi o tratamento mais eficaz para Lava Ultimate. Para Enamic, não houve diferença significativa nos valores de FPBS entre os grupos ácido + adesivo universal e jateamento + adesivo universal. Os autores concluíram que o tratamento com jateamento ou com ácido fluorídrico em combinação com um adesivo universal contendo MDP pode ser sugerido para a cimentação adesiva dos novos materiais restauradores CAD/CAM.

Park e Choi³³ avaliaram *in vitro* a diferença de diferentes tratamentos de superfície na resistência à microtração de um cimento resinoso no Lava Ultimate. Foram realizados tratamentos em *onlays* de Lava com abrasão a ar com e sem adesivo universal associado, ácido fluorídrico 4% com adesivo universal com ou sem silano e silicatização com ou sem adesivo universal. As restaurações foram cimentadas e submetidas à teste de microtração e os resultados mostraram que jateamento com adesivo universal mostrou maiores valores seguido de silicatização com adesivo universal em comparação com condicionamento com ácido fluorídrico. Aplicação de ácido sem uso de adesivo universal mostrou menores valores. Em geral, o aumento da rugosidade de superfície que ocorreu através do tratamento mecânico foi mais eficaz para aumentar a resistência de união do que o tratamento químico. Concluíram ser necessário uso de aplicação adicional de um adesivo para aumentar os valores de resistência de união entre Lava e cimento resinoso.

Barutçigil *et al.*³⁴ realizaram uma investigação sobre os efeitos de vários métodos de tratamento de superfície na resistência de união do cimento resinoso autoadesivo ao Vita Enamic. Sessenta amostras de blocos de resina foram preparadas e divididos nos grupos (n = 10): grupo 1: grupo controle, sem tratamento aplicado; grupo 2: jateamento com 30 µm de partículas de alumina revestidas com silicato; grupo 3: jateamento com 50µm Al₂O₃; grupo 4: ácido fluorídrico a 10%; grupo 5: nenhum tratamento + adesivo universal (Single Bond Universal); grupo 6: tratamento com laser Er,Cr:YSGG a 200 mJ. Os valores de resistência de união foram melhorados por todos os métodos de tratamento de superfície em comparação com o grupo de controle. A diferença entre o grupo 5 e o grupo controle foi estatisticamente significativa, enquanto não houve diferenças consideráveis entre os outros métodos de tratamento. Concluíram que os tratamentos de superfície de blocos de resina cerâmica híbrida podem melhorar a resistência de união ao cimento resinoso; no entanto, o uso de Single Bond Universal sem tratamento de superfície mostrou um maior valor de resistência de união. O grupo Single Bond Universal apresentou os maiores valores de resistência de união entre os grupos testados. O teor de silano do sistema adesivo pode ter sido responsável pelo aumento da resistência de união entre a cerâmica híbrida e o cimento autoadesivo.

2.3 Uso de laser como alternativa aos tratamentos de superfície

O laser de Er:YAG é um dos mais indicados para uso na Odontologia pela mínima geração de calor e devido à forma como atua nos tecidos. O tecido hidratado ao ser irradiado faz a água evaporar na superfície e no interior do tecido e antes que a temperatura atinja o ponto de fusão dos materiais, ocorrem micro explosões por ação da evaporação da água, formando conseqüentemente uma cavidade. Ele pode também ser usado como uma técnica alternativa para tratamento de superfície de resinas compostas indiretas. Por possuírem uma alta profundidade de penetração os lasers Er: YAG também têm sido usados para modificar superfícies cerâmicas, preparar cavidades e remover lesões de cárie³⁵.

Em relação à biossegurança *in vivo*, o laser Er: YAG é considerado o que promove maior biossegurança comparado com outros lasers por remover água e compensar a temperatura crescente durante a irradiação, fato que faz com que seja amplamente utilizado nas pesquisas odontológicas^{36,37}.

O mecanismo de interação do laser de Er:YAG com a resina ocorre através da conversão de luz em energia. Isso aumenta o calor e a pressão dentro do composto, promovendo explosão ou ablação. Portanto, recomenda-se que, após a irradiação com o laser Er: YAG, a restauração seja limpa em um banho de ultrassom por 2 minutos para remover as partículas explodidas, o que pode interferir na resistência adesiva²². A eficiência do processo de ablação está correlacionada com elementos orgânicos espalhados sobre a superfície a ser irradiada³⁸.

Na cerâmica uma camada de água é formada na superfície por dispositivo de pulverização de água durante a irradiação a laser. Quando um laser com certa quantidade de energia é aplicado ao filme de água, alta temperatura ou pressão instantaneamente destroem os cristais locais ou matrizes de cerâmica. Isto irá formar poços dispersos nas superfícies de cerâmica e alterar a retenção mecânica, impactando na resistência de colagem das restaurações cerâmicas^{36,39}.

Polat *et al.*⁴⁰ realizaram um estudo com objetivo de avaliar o efeito de diferentes métodos de tratamento de superfície na resistência de união entre o núcleo de resina composta envelhecido e agente cimentante. Amostras de resinas compostas e de zircônia foram preparadas e expostas ao envelhecimento térmico (10.000 ciclos, 5 a 55 °C) e diferentes tratamentos de superfície. As imagens de MEV mostraram que as superfícies tratadas com laser Er-YAG e condicionamento ácido mostraram irregularidades que poderiam propiciar retenção mecânica. Os autores concluíram que o envelhecimento térmico e os diferentes métodos de tratamento de superfície têm efeito significativo na resistência de união entre os núcleos de resina composta e o agente cimentante e o tratamento com laser melhorou significativamente a força de união dos espécimes quando comparado ao grupo controle. Isto pode resultar do aumento da rugosidade da superfície após a irradiação com laser no material.

Outro estudo concluiu que os tratamentos de superfície da zircônia com Lasers de Er:YAG e Nd:YAG aumentaram a resistência de união quando comparados com o tratamento com jateamento de partículas⁴¹. A aplicação de laser Er:YAG pode melhorar também a resistência ao cisalhamento entre a cerâmica de dissilicato de lítio e o cimento resinoso em comparação com superfícies não tratadas⁴².

O estudo *in vitro* realizado por Burnett *et al.*²² avaliou a resistência de união à tração de um adesivo sobre compósitos indiretos (Targis, BelleGlass e Sculpture) tratados com Er:YAG, ácido fluorídrico 10% e abrasão a ar. Os testes de resistência de união revelaram que o laser Er:YAG se mostrou efetivo aumentando a resistência

à tração entre os compósitos e cimento resinoso em comparação com tratamentos com ácido fluorídrico ou abrasão a ar, relacionando-se esse fato principalmente à perda de matriz de resina e exposição de partículas. Concluíram que o laser aumentou a resistência à tração e a aplicação de ácido fluorídrico sozinho promoveu valores mais baixos de resistência de união.

Uma avaliação da resistência de união de materiais CAD/CAM tratados com ácido e laser Er:YAG concluiu que o laser mostrou pouco impacto no Vita Enamic e Vita Mark II mas que pode ser um tratamento alternativo ao ácido para os materiais IPS Empress CAD e IPS e.max CAD. Para Vita Enamic os maiores valores de resistência de união foram para o grupo tratado com ácido. Através da MEV pode-se observar que o ácido promoveu um padrão de superfície adequado para cimentação adesiva. Em todos grupos Enamic a aplicação de Laser resultou em rachaduras. Enquanto que o grupo controle do Enamic mostrou cristais maciços expostos, o grupo laser mostrou aparente destruição da matriz.³⁶

Uma avaliação sobre protocolos de laser⁴³ mostrou diferentes padrões de irregularidades desenvolvidos conforme as doses utilizadas, sendo que em alguns grupos com maior ablação a superfície se mostrou inadequada devido à deterioração excessiva do material (acima de 250 mJ). As configurações de baixa potência podem ter impacto na superfície cerâmica; enquanto os mais altos podem resultar na destruição excessiva do cristal ou das fases bem como uma camada danificada pelo calor^{36,44}.

3 PROPOSIÇÃO E HIPÓTESES

O objetivo do presente estudo foi avaliar e comparar a resistência de união de um sistema adesivo universal à superfície de dois materiais restauradores para CAD/CAM tratados superficialmente com Laser Er:YAG, ácido fluorídrico 10% ou jateamento com óxido de alumínio.

As hipóteses iniciais foram consideradas nulas postulando: 1) o uso do laser de Er:YAG, ácido fluorídrico 10% ou jateamento com óxido de alumínio não promoverão diferença na resistência de união do sistema adesivo Single Bond Universal quando aplicado no protocolo de cimentação adesiva do Lava Ultimate ou Vita Enamic; 2) independente do tipo de tratamento de superfície a resistência de união do sistema adesivo Single Bond Universal será similar nos dois materiais para CAD/CAM estudados.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Dois materiais restauradores em blocos CAD/CAM (Figura 1) foram utilizados neste experimento: Lava Ultimate (3MESPE) e Vita Enamic (Vita Zahnfabrik). A composição dos materiais está descrita nas Tabelas 1, 2 e 3.



Figura 1. Blocos CAD/CAM.
Fontes: 3M ESPE (2019) e Vita (2019).

Tabela 1. Materiais CAD/CAM.

Marca Comercial	Classificação	Composição	Fabricante
Lava™ Ultimate	Resina Nano Cerâmica	Partículas nanocerâmicas (80%) unidas à matriz resinosa. Partículas de sílica 20nm, zircônia 4-11nm e aglomerados de partículas de zircônia/sílica reforçando a matriz orgânica altamente polimerizada.	3M ESPE, St. Paul, MN, USA.
Vita Enamic®	Cerâmica Híbrida	86% de cerâmica e 14% em peso de parte polimérica. Dióxido de Silício 58-63%, Óxido de Alumínio 20-23%, Óxido de Sódio, Óxido de Potássio, Trióxido de Boro, Dióxido de Zircônio, Óxido de Cálcio.	Vita Zahnfabrik BadSackingen, Alemanha

Tabela 2. Materiais para tratamento de superfície.

Material	Composição	Fabricante
Silano RelyX Agente Silano	Álcool etílico, água, methacryloyl propyl Trimethoxysilano	3M ESPE, St. Paul, MN, USA.
Ácido Fluorídrico 10%	Ácido fluorídrico, água, espessante, corante	Dentsply Sirona, São Paulo, Brasil
Pó Al ₂ O ₃	Óxido de Alumínio	Polidental, São Paulo, Brasil

Tabela 3. Sistema de cimentação adesiva

Material	Composição	Fabricante
Adesivo Single Bond Universal	Single Bond: Bis-GMA, metacrilato de 2-hidroxietila, sílica tratada com silano, álcool etílico, decametileno dimetacrilato, água, 1,10-decanodiol fosfato metacrilato, copolímero de acrílico e ácido itacônico, canforoquinona, N-dimetilbenzocaína, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, metil etil cetona.	3M ESPE, St. Paul, MN, USA.
Cimento resinoso RelyX Ultimate	Pasta Base: Monômeros de metacrilato, radiopacificadores, partículas de carga silanizadas, componentes iniciadores, estabilizadores e aditivos de reologia. Pasta Catalizadora: Monômeros de metacrilato, radiopacificadores, partículas de carga alcalinas, estabilizadores, pigmentos, aditivos de reologia, componentes fluorescentes, ativador de polimerização sem luz para o Single Bond Universal.	3M ESPE, St. Paul, MN, USA.

4.2 Metodologia

4.2.1 Confeção das amostras

Dez blocos de Vita Enamic (12 x 14 x 18mm) e dez blocos de Lava Ultimate (14,5 x 14,5 x 18mm) foram seccionados cada um em 6 partes iguais através de uma máquina de corte Labcut 1010 (ExtecCorp., Londres, Inglaterra) e um disco diamantado (Buheler Series 15LC Diamonds) com velocidade de 500 rpm sob constante refrigeração com água. Um total de 120 amostras foram confeccionadas e incluídas em resina acrílica (Fig. 2 A), resultando em 60 amostras de cada material. Ainda, duas amostras adicionais foram confeccionadas para cada grupo experimental para avaliação em Microscopia Eletrônica de Varredura. As amostras receberam abrasão com lixas de granulação 600 e 1200, sob refrigeração com água por 30 segundos em uma politriz horizontal (Panambra, São Paulo, São Paulo, Brasil) e ao final acabamento com ponta diamantada de granulação fina (FG 3145F, KG Sorensen) a fim de simular a fresagem. Todas amostras foram lavadas em cuba ultrassônica com água destilada por 5 minutos e submetidas aos tratamentos de superfície. As amostras foram divididas em 8 grupos (n=15) de acordo com diferentes tratamentos de superfície e materiais utilizados (Tabela 4). A tabela 5 mostra os tratamentos de superfície indicados para cada material segundo os fabricantes.

Tabela 4. Grupos de estudo

Grupos	Material Restaurador	Tratamento de Superfície	Cimento Resinoso
1-LU	Lava Ultimate	Controle	SBU + Ultimate*
2-LAL	Lava Ultimate	Jateamento com Al ₂ O ₃	SBU + Ultimate
3-LAC	Lava Ultimate	Ácido fluorídrico	SBU + Ultimate
4-LER	Lava Ultimate	Laser Er: YAG	SBU + Ultimate
5-EC	Vita Enamic	Controle	SBU + Ultimate
6-EAL	Vita Enamic	Jateamento com Al ₂ O ₃	SBU + Ultimate
7-EAC	Vita Enamic	Ácido fluorídrico	SBU + Ultimate
8-EER	Vita Enamic	Laser Er: YAG	SBU + Ultimate

*SBU + Ultimate: Single Bond Universal + RelyX Ultimate

Tabela 5. Protocolos de tratamento de superfície descritos pelos fabricantes para os materiais utilizados no estudo.

Material	Protocolo segundo fabricante
Vita Enamic	Ácido fluorídrico por 60 segundos, silanização e cimentação adesiva
Lava Ultimate	Jateamento com óxido de alumínio (50 μm), limpeza com álcool, silanização e cimentação adesiva.

4.2.2 Tratamentos de Superfície

Os tratamentos realizados conforme os grupos foram os seguintes:

1. Controle: sem tratamento de superfície
2. Jateamento com óxido de alumínio com partículas de 50- μm por 10 segundos a uma distância de 10mm da superfície do material com 2 bar (30psi) de pressão, limpeza com álcool e secagem com ar.
3. Condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 60 segundos, seguido de lavagem e secagem.
4. Laser Er: YAG: Aplicação do Laser Er:YAG OPUS 20 (Sharplan, Israel), com comprimento de onda de 2,94 μm , com uma peça de mão angular e ponta de safira acoplada a ponta metálica para permitir movimentos em todas direções. Parâmetros de irradiação de 200 mJ de energia, 10 Hz de frequência e 25,47 J/cm² de densidade de energia por 10 segundos. Durante o procedimento a distância da superfície foi de 1,0 mm com irrigação por spray de ar/água.

4.2.3 Aplicação cimento resinoso

Após tratamento de superfície as amostras foram lavadas e secas. Todas as amostras receberam aplicação de silano por 60 segundos, seguido de secagem previamente ao uso do cimento resinoso adesivo, exceto o grupo controle.

Os materiais descritos na tabela 3 foram aplicados após os tratamentos de superfície conforme instruções do fabricante. Inicialmente o adesivo Single Bond Universal foi aplicado ativamente com uso de um microbrush por 20 segundos seguido de aplicação de jato de ar em uma área central de 0,79 mm² definida com o uso de uma matriz. (Fig. 2B) O adesivo foi fotoativado com um fotopolimerizador LED Radii-Cal (SDI, Austrália), com intensidade de luz de 1200 mW/cm², por 20 segundos a uma

distância de 1mm da superfície. Após, sobre a área circular de 0,79 mm² definida, um cone do cimento resinoso RelyXUltimate foi confeccionado com uso de uma matriz bipartida (Figs. 2C-D e 3), sendo o cimento inserido na matriz com o uso de uma seringa aplicadora Centrix seguido de fotoativação por 20 segundos em cada face a uma distância de 1mm da superfície, sendo executadas ao total cinco fotoativações de 20 segundos cada. As espécimes prontas foram individualmente mantidas em água destilada a 37°C por 24 horas.

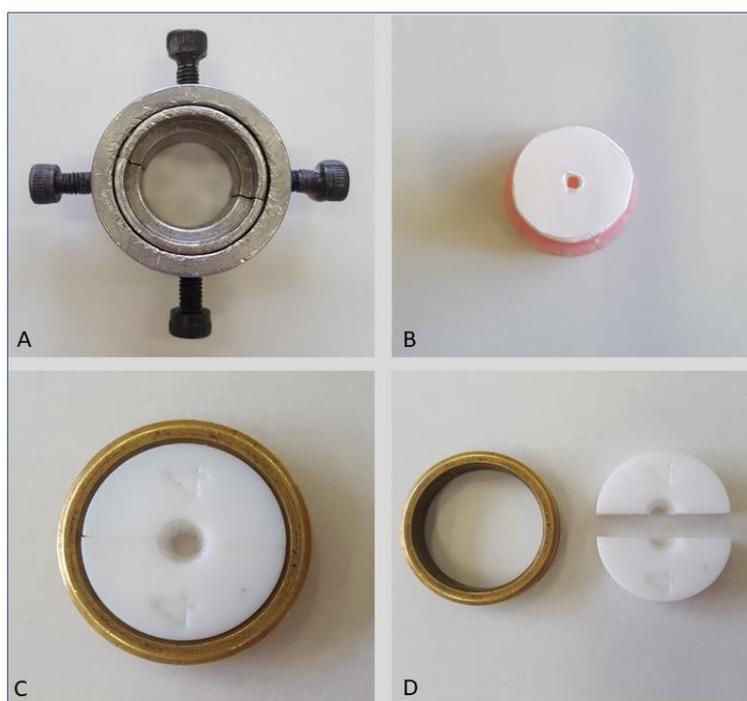


Figura 2. A: Matriz bipartida utilizada para inclusão em resina acrílica dos blocos. B: Matriz confeccionada para definição da área central de aplicação do adesivo. C e D: Matriz bipartida para confecção dos cones de cimento resinoso.



Figura 3 - Amostra após confecção do cone de cimento resinoso.

4.2.4 Testes de Resistência de União à Tração

Todas as amostras foram submetidas a teste de resistência de união à tração utilizando uma Máquina de Ensaio Universal - EMIC DL-2000 (São José dos Pinhais, PR, Brasil). O teste foi conduzido em uma velocidade constante de 0.5 mm/min até ruptura entre os materiais, mensurando em Newtons. (Fig. 4)



Figura 4. Ensaio de resistência à tração em uma máquina de ensaio universal.

Após ruptura as amostras foram analisadas em um estereomicroscópio (Olympus) para determinar o tipo de falha. As falhas foram classificadas em: (1) adesiva – falhas na interface entre resina nanocerâmica e cerâmica híbrida e a camada adesiva; (2) coesiva - na resina nano cerâmica, na cerâmica híbrida ou no cimento resinoso; (3) mista – falha adesiva combinada com coesiva no material restaurador ou no cimento resinoso.

4.2.5 Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura

Duas amostras por grupo experimental foram observadas em um Microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (Inspect F50, FEI), nos aumentos de 500x e 2000x para verificar a superfície após tratamento com laser Er:YAG, ácido fluorídrico 10%, jateamento com óxido de alumínio ou sem tratamento nenhum para grupo controle.

4.2.6. Análise Estatística

Os resultados foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk para verificar a distribuição normal dos dados. Na sequência, foi aplicado o teste de ANOVA two-way considerando como fatores de variação material restaurador e tratamento de superfície. Após, foi aplicado o teste de Tukey ($\alpha = 5\%$). A análise dos dados foi realizada com o software Statistix for Windows v.8.0 (Analytical Software, Tallahassee, FL, EUA).

5 RESULTADOS

Análise Estatística

De acordo com ANOVA houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos de superfície ($p=0,00001$) e entre a interação material*tratamento ($p=0,0041$). Entre os materiais restauradores não se observou diferença estatística ($p=0,7959$).

Tabela 6. Resultados de Tukey para tratamentos considerando os dois materiais

Tratamentos	MPa
Controle	32,30 B
Jateamento	53,75 A
Ácido	60,09 A
Laser	29,67 B

Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si ($p > 0.05$).

A tabela 6 mostra as médias de valores para os tratamentos de superfície considerando os materiais restauradores juntos. A maior média ficou para tratamento com ácido fluorídrico (60,09 MPa) seguida de jateamento (53,75 MPa), que foram estatisticamente iguais. Os menores valores, considerados estatisticamente iguais, ficaram para Laser Er:YAG (29,67 MPa) e grupos controle (32,30 MPa).

Tabela 7. Resultados de Tukey para Materiais e Tratamentos

Grupos Experimentais	Material	Tratamento	MPa
1 - LU	Lava Ultimate	Controle	44,50 AB
2 - LAL	Lava Ultimate	Jateamento	41,6 AB
3 - LAC	Lava Ultimate	Ácido	56,40 A
4 - LER	Lava Ultimate	Laser	35,93 AB
5 - EC	Vita Enamic	Controle	20,10 B
6 - EAL	Vita Enamic	Jateamento	65,94 A
7 - EAC	Vita Enamic	Ácido	63,78 A
8 - EER	Vita Enamic	Laser	23,40 B

Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si ($p > 0.05$).

Na tabela 7 estão os resultados dos testes de resistência à tração (MPa) para os diferentes materiais restauradores utilizados no estudo e tratamentos de superfície. Os valores ficaram entre 65,94 MPa e 20,10 MPa. O maior valor foi observado para o material Vita Enamic com tratamento com jateamento; o mais baixo valor foi observado para Vita Enamic no grupo controle.

Para Lava Ultimate o maior valor ficou com tratamento com ácido fluorídrico (56,40 MPa), porém não houve diferença estatisticamente significante em relação aos outros grupos do mesmo material.

Para Vita Enamic os maiores valores ficaram para tratamento com jateamento e ácido fluorídrico, que foram estatisticamente iguais (65,94 MPa e 63,78 MPa, respectivamente), seguidos do tratamento com laser (23,4 MPa) que se mostrou igual ao grupo controle (20,1 MPa).

Modos de Falha

Os modos de falha observados nos grupos experimentais para Lava Ultimate e Vita Enamic com diferentes tratamentos de superfície estão expostos na tabela 8.

Tabela 8. Modos de falha observados nos grupos experimentais

Material	Grupo Experimental	Adesiva	Coesiva	Mista
Lava Ultimate	Controle	10	5	0
	Jateamento	6	8	1
	Ácido Fluorídrico	7	3	5
	Laser Er:YAG	12	1	2
Vita Enamic	Controle	13	1	1
	Jateamento	0	11	4
	Ácido Fluorídrico	0	15	0
	Laser Er:YAG	15	0	0

A predominância dos padrões de falhas para Lava Ultimate foi adesiva (58%), seguida de falhas coesivas no cimento resinoso. Poucas falhas do tipo mistas foram observadas. Para Vita Enamic ocorreram falhas adesivas (46%) e coesivas (45%) em semelhante proporção e um menor número de falhas mistas foi observado.

Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens obtidas através de Microscopia Eletrônica de Varredura das superfícies tratadas estão expostas nas Figuras 5 e 6. As imagens de MEV mostram diferenças na superfície dos materiais após tratamentos em aumentos de 500X e 2000X.

O tratamento com laser Er:YAG promoveu pouca alteração superficial para ambos os materiais (Figs. 5G-H e 6G-H). Ao que tudo indica houve uma suavização do padrão de rugosidade evidente no grupo controle.

O tratamento com ácido fluorídrico 10% promoveu aumento da irregularidade superficial para Enamic. Nas figuras 6E e 6F podemos observar uma superfície característica de condicionamento ácido, com poros bem visíveis para Enamic, que não se encontram tão presentes para Lava (Figs. 5E-F).

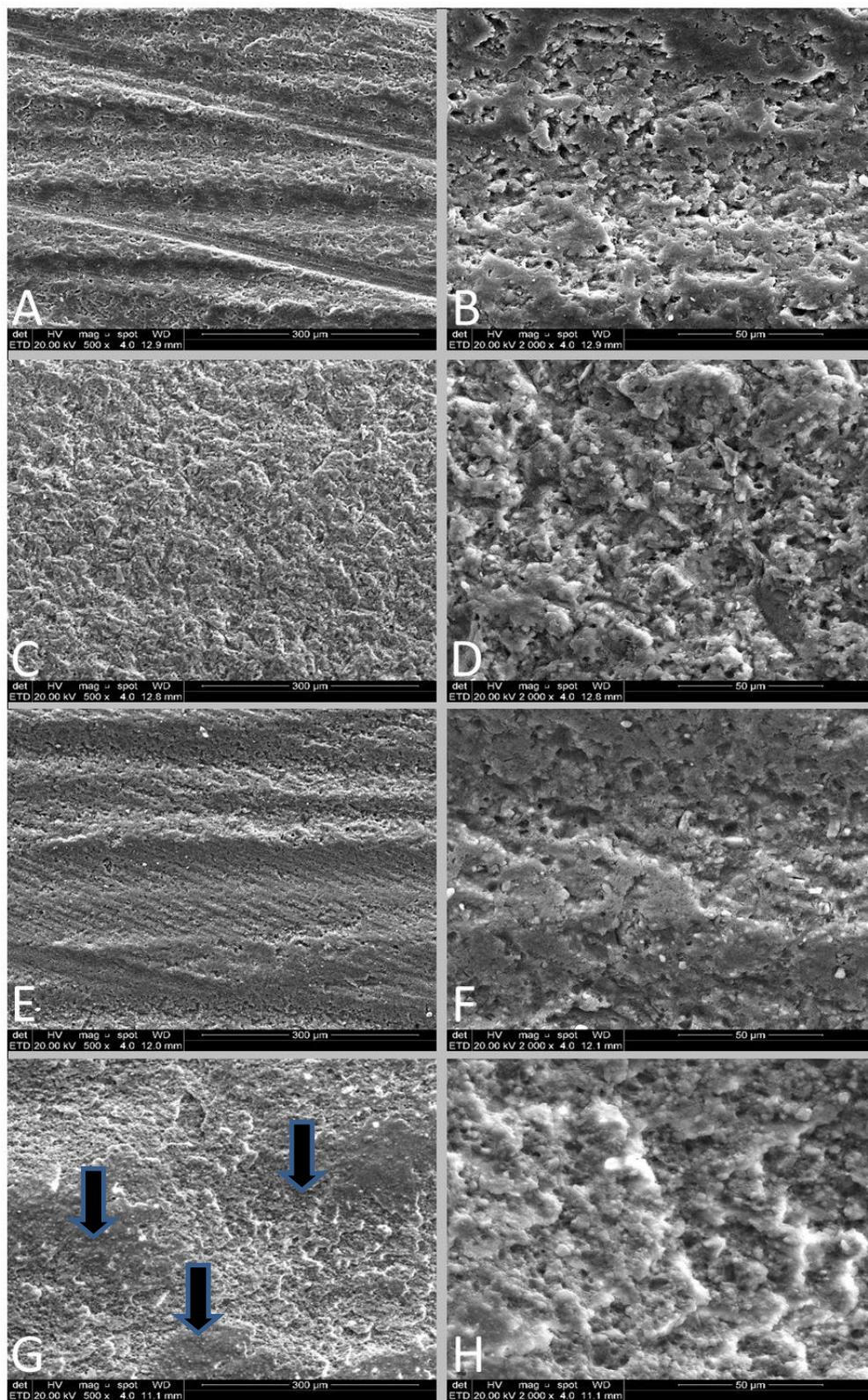


Figura 5. A, B, C, D, E, F, G, H. Lava Ultimate em aumentos de 500x e 2000x após os tratamentos: A e B - Controle, C e D - Jateamento, E e F - Ácido, G e H - Laser (setas indicam áreas não tratadas pelo pulso do laser).

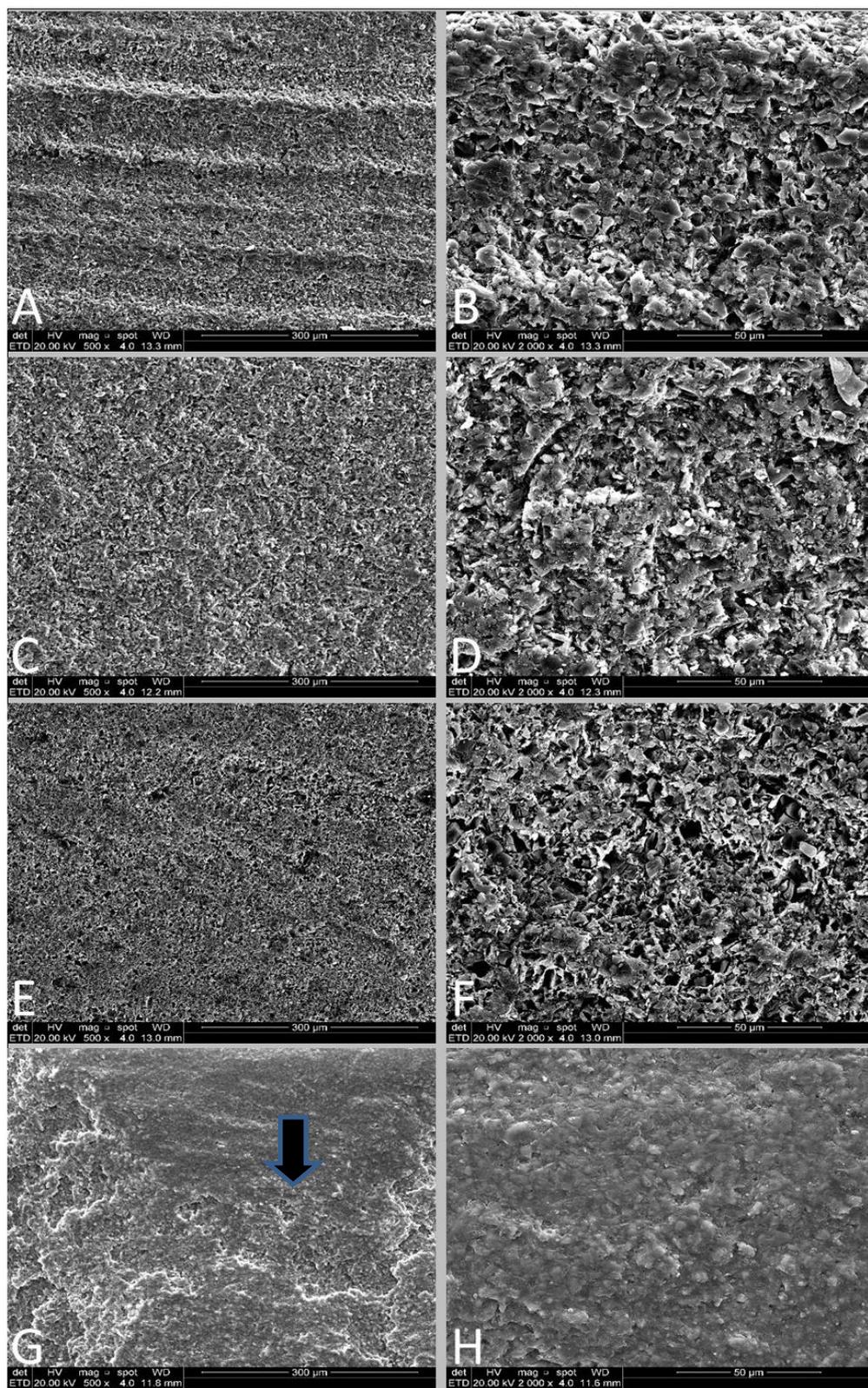


Figura 6. A, B, C, D, E, F, G, H. Vita Enamic em aumentos de 500x e 2000x após os tratamentos: A e B - Controle, C e D - Jateamento, E e F - Ácido, G e H - Laser (seta indica área não tratada pelo pulso do laser).

6 DISCUSSÃO

A hipótese inicial de que não haveria diferença estatística entre os grupos dos diferentes tratamentos de superfície para cada material do estudo foi parcialmente aceita. No Vita Enamic, os tratamentos com ácido fluorídrico e óxido de alumínio promoveram maior resistência de união sem diferença estatística entre si, porém diferentes em relação ao controle e ao laser de Er:YAG. Os tratamentos de superfície não promoveram maior resistência de união em relação ao grupo controle para o Lava Ultimate.

Sabendo da necessidade de buscar alternativas para tratamento de superfície dos novos materiais híbridos CAD/CAM, que apresentam superfície altamente convertida,⁹ o presente estudo avaliou diferentes tratamentos de superfície para os materiais Lava Ultimate e Vita Enamic. A preocupação com o uso clínico destes materiais quanto à descimentação ocorreu quando o material nano cerâmico Lava Ultimate recebeu um recall e uma “mudança de indicação” em 12 de junho de 2015, pois o fabricante não considerava mais o material adequado para indicação de coroas totais devido aos “problemas de descolamento”.

Estudos envolvendo a utilização de laser Er:YAG para tratamento superficial de materiais cerâmicos e resinosos em associação com procedimentos adesivos tem se mostrado efetivos em trabalhos encontrados na literatura.^{22,40,41,42} Porém, no presente estudo o tratamento de superfície com laser Er:YAG não aumentou os valores de resistência de união para os materiais Lava Ultimate e Vita Enamic avaliados. Essa conclusão é apoiada pelas imagens de MEV em que não se observa significativa alteração da superfície dos materiais. Na realidade, parece que o laser de Er:YAG promoveu uma suavização das irregularidades promovidas pela ponta diamantada (figura 5G e 6G). Outros estudos presentes na literatura obtiveram achados semelhantes em que o laser Er:YAG não demonstrou aumento nos valores de resistência de união dos materiais.^{19,36}

O fato da irradiação com laser Er:YAG não ter tido efeito positivo como tratamento de superfície para Lava Ultimate e Vita Enamic pode ser explicado pelas características do material decorrentes de sua fabricação, que tornam os monômeros da matriz orgânica altamente convertidos em polímeros. Para efeito positivo da irradiação com laser há a necessidade de água na subsuperfície do material para que

ocorra a ablação. No entanto, a presença de água nesses materiais indiretos é questionável, uma vez que são polimerizados em altas temperaturas.^{23,24}

Não obstante, a questão da energia necessária para promover alteração superficial ainda permanece em aberto. Alguns autores afirmam que diferentes protocolos de laser podem promover variados padrões de irregularidades nos materiais irradiados.^{36,44} Uma baixa potência pode ter impacto positivo na cerâmica, porém doses de energia mais altas (acima de 250 mJ) podem promover deterioração das superfícies. No presente estudo, a dose utilizada foi de 200 mJ, a mesma aplicada no estudo de Burnett *et al.*²² e que promoveu alteração nas resinas compostas Belleglass e Targis/Vectris. Porém não há na literatura indicação de dose para novos materiais como resinas nano cerâmicas e cerâmicas híbridas e doses muito baixas poderiam fazer com que não a ablação não ocorresse, fato que pode ter ocorrido no presente estudo.

O fabricante da resina nanocerâmica Lava Ultimate preconiza a não utilização de laser como tratamento superficial sobre esse material. Talvez, isso seja devido ao fato do laser ser pontual e ter uma área de spot de irradiação de 1,0 mm². Assim, algumas áreas podem não ser totalmente irradiadas (Figs. 5G e 6G, setas) fato que pode interferir na resistência de união.

Sabe-se que a adesão entre cerâmica e cimento resinoso pode ser mais efetiva se retenções micromecânicas estiverem presentes na superfície.^{40,45} Porém, um estudo que avaliou a correlação entre rugosidade superficial e resistência de união não confirmou essa afirmação.³¹ Isso poderia explicar o fato de altos valores terem sido encontrados na superfície condicionada de Lava Ultimate, que não demonstrou nas imagens de MEV alteração superficial considerável após tratamentos de superfície com ácido fluorídrico e outros tratamentos igualmente.

Os resultados obtidos através de MEV foram semelhantes aos já relatados na literatura para condicionamento com ácido fluorídrico (Figs. 5 e 6). A superfície de Vita Enamic condicionada, se mostra caracterizada pela dissolução da rede vitrocerâmica e pela presença de uma típica estrutura de favo de mel, incluindo micro e nano porosidades.⁴⁶ Já para a superfície do Lava, o condicionamento resultou na dissolução parcial das partículas e em uma superfície significativamente mais lisa do que Vita Enamic. Outros estudos também observaram em MEV que o material Vita Enamic mostrou mais irregularidades na superfície, maior rugosidade, gaps e microporosidades quando comparado com o Lava Ultimate.⁴⁷ As imagens dos grupos

tratados com jateamento mostraram superfície com vários microporos irregulares e lacunas distribuídos aleatoriamente para ambos os materiais, características também já observadas em estudos prévios para os materiais avaliados.³⁴

No Vita Enamic, os tratamentos com jateamento com óxido de alumínio (65,94 MPa) e ácido fluorídrico 10% (63,78 MPa) foram mais efetivos em comparação com laser e grupo controle. Tais achados vão de encontro aos estudos já relatados na literatura.^{31,34,48}

O ácido fluorídrico dissolve seletivamente a matriz vítrea ou cristalina do material cerâmico e promove uma superfície irregular e porosa, aumentando assim a área superficial e facilitando a penetração da resina nas superfícies cerâmicas.⁴⁹ No presente estudo, diferentemente de outros encontrados na literatura, foi utilizado como condicionamento o ácido fluorídrico 10%.^{19,33,36} A concentração do ácido pode ter provocado os altos valores de resistência de união não só para Lava Ultimate, mas também para Vita Enamic (Tabela 7). Segundo Traklyali *et al.*⁵⁰ a concentração do ácido fluorídrico pode interferir nos valores de resistência de união, sendo que a concentração de ácido fluorídrico 9,6% é responsável por maiores valores de resistência de união em comparação com ácido fluorídrico 5%. Nas cerâmicas feldspáticas, sabe-se que o ácido fluorídrico 10% é o melhor tratamento de superfície.⁵¹ Porém, no presente estudo, somente para Vita Enamic esses valores foram diferentes em relação ao grupo controle.

O fabricante não indica o uso de ácido fluorídrico para o material Lava Ultimate. Talvez por ter na composição alto conteúdo de zircônia, o tratamento com ácido pareça não ter efeito. Porém, uma caracterização microestrutural realizada demonstrou partículas irregulares e aglomerados de partículas de até 10µm, com regiões suscetíveis ao ataque ácido na superfície do Lava Ultimate.²⁶ Estudos já confirmaram a efetividade do ácido fluorídrico para aumentar os valores de resistência de união no reparo de restaurações em Lava Ultimate, que foram semelhantes aos outros tratamentos.⁵⁴ O efeito do ácido também foi demonstrado em um estudo em que o ácido fluorídrico 9,5% dissolveu as partículas de vidro da superfície do Lava, aumentando valores de resistência de união.⁵³ Os resultados obtidos mostraram mais altos valores para Lava Ultimate após aplicação de ácido fluorídrico 10%, porém esses valores foram estatisticamente iguais aos demais grupos (Tabela 7).

No presente estudo, os tratamentos de superfície foram seguidos de silanização e aplicação de um adesivo universal e cimento resinoso. Talvez essa

associação a um adesivo contendo MDP tenha influência nos altos valores de resistência de união. Estudos já relataram que o ácido fluorídrico sozinho em superfícies de resinas compostas indiretas (Belleglass e Targis/Vectris) reduziu os valores de resistência de união em comparação com abrasão ou laser de Er:YAG²² e ainda que a retenção micromecânica ou química sozinho não aumenta a resistência de união, sendo necessário um adesivo universal.⁵⁴

Diversos trabalhos sugerem que os cimentos resinosos contendo monômeros de MDP têm maior resistência adesiva que outros cimentos adesivos, atribuindo a ele o papel de um agente importante no processo de adesão.^{28,47} Estudos mostraram que um adesivo contendo MDP aumentou valores de resistência de união para Lava, Vita e Cerasmart.^{47,53} Assim, o uso de um adesivo universal que contém monômeros à base de metacrilato pode melhorar a ligação entre os materiais CAD/CAM e o cimento resinoso.^{32,52}

Pelo fato de Lava Ultimate ser composto por uma matriz resinosa, contendo sílica e grande quantidade de nanômeros de zircônia o uso de um adesivo universal pode aumentar os valores de união.³³ A interação entre partículas de zircônia e MDP pode ser responsável pelos altos valores de resistência de união.^{54,55} Isso explica os altos valores obtidos para Lava Ultimate para todos os tratamentos de superfície (inclusive para grupo controle) sendo que um adesivo universal contendo MDP (Single Bond Universal) foi utilizado associado a um cimento resinoso adesivo (RelyX Ultimate).

O uso de silano associado aos tratamentos parece não ter tido influência no Lava Ultimate, uma vez que o grupo controle que não recebeu silanização mostrou valores altos de resistência de união (44,50 MPa), estatisticamente semelhante aos demais grupos somente com aplicação de adesivo contendo MDP e cimento resinoso. O teor de silano presente no sistema adesivo (SBU) pode ser responsável pelo aumento da resistência de união entre materiais híbridos e o cimento resinoso³⁴ o que pode explicar esses resultados no presente estudo para Lava Ultimate.

Em relação aos modos de falha, uma maior quantidade de falhas coesivas no Vita Enamic foi relacionada com os valores mais altos de resistência de união (grupos jateamento e ácido). Da mesma maneira, uma maior quantidade de falhas adesivas pode ser observada para os grupos com valores mais baixos (controle e laser). Para Lava, maior quantidade de falhas adesivas também ficou nos grupos controle e laser. Esse achado vai de encontro aos resultados de estudos prévios.^{16,36,48}

Vita Enamic exibiu considerável quantidade de falhas coesivas (45%), que clinicamente são mais aceitáveis em comparação ao Lava que exibiu maior quantidade de falhas adesivas (58%). As falhas coesivas no Vita Enamic se devem ao fato de que a união entre a cerâmica e o cimento resinoso parecem exceder a resistência dos materiais em si.⁴⁷

Os materiais envolvidos neste estudo mostraram médias de valores semelhantes (Tabela 8), sendo que a pequena diferença de concentração de carga entre os materiais, 86% para Vita e 80% para Lava não influenciou os valores de resistência de união para o fator materiais.

Devido à dificuldade demonstrada nesse estudo de tratar o Lava Ultimate superficialmente para a cimentação adesiva talvez futuras pesquisas devam focar em outros sistemas adesivos e cimentos resinosos para aumentar a resistência de união.

7 CONCLUSÕES

Baseados nas mensurações *in vitro* da resistência de união à tração, da análise em MEV e tipos de falhas, as conclusões foram as seguintes:

O laser de Er:YAG não promoveu aumento da resistência de união para Lava Ultimate e Vita Enamic, produzindo valores similares aos demais grupos no Lava e similar ao controle no Vita Enamic. Sendo assim ele poderia ser contra-indicado como tratamento de superfície para os materiais Lava e Enamic.

No Lava Ultimate não houve um tratamento de superfície mais eficaz quando comparado ao controle. Portanto, a adesão de restaurações indiretas confeccionadas com a resina nanocerâmica Lava Ultimate ainda é um desafio em razão da dificuldade de se tratar a superfície desse material.

No Vita Enamic os maiores valores foram obtidos com tratamentos de ácido fluorídrico ou jateamento com óxido de alumínio, sendo que as duas formas de tratamento igualmente aumentaram os valores de resistência de união.

Os dois materiais, Lava Ultimate e Enamic, apresentaram comportamento semelhante quanto à resistência de união do sistema adesivo Single Bond Universal independentemente do tipo de tratamento de superfície utilizado.

8 REFERÊNCIAS

1. Nguyen JF, Ruse D, Phan AC, Sadoun MJ. High-temperature-pressure polymerized resin-infiltrated ceramic networks. *J Dent Res*. 2014 Jan;93(1):62–7.
2. van Noort R. The future of dental devices is digital. *Dent Mater*. 2012 Jan;28(1):3–12.
3. Coldea A, Swain MV, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater*. 2013 Apr;29(4):419–26.
4. Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater*. 2014 May;30(5):564–9.
5. Lin C-L, Chang Y-H, Pa C-A. Estimation of the risk of failure for an endodontically treated maxillary premolar with MODP preparation and CAD/CAM ceramic restorations. *J Endod*. 2009 Oct;35(10):1391–5.
6. Aldegheishem A, Ioannidis G, Att W, Petridis H. Success and Survival of Various Types of All-Ceramic Single Crowns: A Critical Review and Analysis of Studies with a Mean Follow-Up of 5 Years or Longer. *Int J Prosthodont*. 2017;30(2):168–81.
7. Brandt S, Winter A, Lauer H-C, Kollmar F, Portscher-Kim S-J, Romanos GE. IPS e.max for All-Ceramic Restorations: Clinical Survival and Success Rates of Full-Coverage Crowns and Fixed Partial Dentures. *Materials* [Internet]. 2019 Feb 2;12(3). Available from: <http://dx.doi.org/10.3390/ma12030462>
8. Pjetursson BE, Valente NA, Strasding M, Zwahlen M, Liu S, Sailer I. A systematic review of the survival and complication rates of zirconia-ceramic and metal-ceramic single crowns. *Clin Oral Implants Res*. 2018 Oct;29 Suppl 16:199–214.
9. Spitznagel FA, Horvath SD, Guess PC, Blatz MB. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. *J Esthet Restor Dent*. 2014 Nov;26(6):382–93.
10. Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2015 Oct;114(4):587–93.
11. Lim K, Yap AU-J, Agarwalla SV, Tan KB-C, Rosa V. Reliability, failure probability, and strength of resin-based materials for CAD/CAM restorations. *J Appl Oral Sci*. 2016 Sep;24(5):447–52.
12. Albero A, Pascual A, Camps I, Grau-Benitez M. Comparative characterization of a novel cad-cam polymer-infiltrated-ceramic-network. *J Clin Exp Dent*. 2015 Oct;7(4):e495–500.
13. Stawarczyk B, Krawczuk A, Ilie N. Tensile bond strength of resin composite repair in vitro using different surface preparation conditionings to an aged CAD/CAM resin nanoceramic. *Clin Oral Investig*. 2015 Mar;19(2):299–308.
14. Zhi L, Bortolotto T, Krejci I. Comparative in vitro wear resistance of CAD/CAM composite resin and ceramic materials. *J Prosthet Dent*. 2016 Feb;115(2):199–202.

15. Komine F, Fushiki R, Koizuka M, Taguchi K, Kamio S, Matsumura H. Effect of surface treatment on bond strength between an indirect composite material and a zirconia framework. *J Oral Sci.* 2012 Mar;54(1):39–46.
16. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003 Dec;19(8):725–31.
17. Wolf DM, Powers JM, O’Keefe KL. Bond strength of composite to etched and sandblasted porcelain. *Am J Dent.* 1993 Jun;6(3):155–8.
18. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179–88.
19. Yavuz T, Özyılmaz ÖY, Dilber E, Tobi ES, Kiliç HŞ. Effect of Different Surface Treatments on Porcelain-Resin Bond Strength. *J Prosthodont.* 2017 Jul;26(5):446–54.
20. Dilber E, Yavuz T, Kara HB, Ozturk AN. Comparison of the effects of surface treatments on roughness of two ceramic systems. *Photomed Laser Surg.* 2012 Jun;30(6):308–14.
21. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009 May;34(3):280–7.
22. Burnett LH Jr, Shinkai RSA, Eduardo CDP. Tensile bond strength of a one-bottle adhesive system to indirect composites treated with Er:YAG laser, air abrasion, or fluoridric acid. *Photomed Laser Surg.* 2004 Aug;22(4):351–6.
23. Wendler M, Belli R, Petschelt A, Mevec D, Harrer W, Lube T, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. *Dent Mater.* 2017 Jan;33(1):99–109.
24. Alharbi A, Ardu S, Bortolotto T, Krejci I. Stain susceptibility of composite and ceramic CAD/CAM blocks versus direct resin composites with different resinous matrices. *Odontology.* 2017 Apr;105(2):162–9.
25. Magne P, Knezevic A. Simulated fatigue resistance of composite resin versus porcelain CAD/CAM overlay restorations on endodontically treated molars. *Quintessence Int.* 2009 Feb;40(2):125–33.
26. Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dent Mater.* 2017 Jan;33(1):84–98.
27. Zimmermann M, Koller C, Reymus M, Mehl A, Hickel R. Clinical Evaluation of Indirect Particle-Filled Composite Resin CAD/CAM Partial Crowns after 24 Months. *J Prosthodont.* 2018 Oct;27(8):694–9.
28. Schepke U, Meijer HJ, Vermeulen KM, Raghoobar GM, Cune MS. Clinical Bonding of Resin Nano Ceramic Restorations to Zirconia Abutments: A Case Series within a Randomized Clinical Trial. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2016 Oct;18(5):984–92.

29. de Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater.* 2009 Feb;25(2):172–9.
30. Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Current status of zirconia-based fixed restorations. *J Oral Sci.* 2010 Dec;52(4):531–9.
31. Alp G, Subaşı MG, Johnston WM, Yilmaz B. Effect of different resin cements and surface treatments on the shear bond strength of ceramic-glass polymer materials. *J Prosthet Dent.* 2018 Sep;120(3):454–61.
32. Sağırkaya E, Tulga A. Influence of different surface treatments on bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to resin cement. *J Adv Prosthodont [Internet].* 2017; Available from: <https://www.synapse.koreamed.org/search.php?where=aview&id=10.4047/jap.2017.9.6.439&code=0170JAP&vmode=FULL>
33. Park J-H, Choi Y-S. Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. *J Adv Prosthodont.* 2016 Aug;8(4):275–84.
34. Barutçigil K, Barutçigil Ç, Kul E, Özarslan MM, Buyukkaplan US. Effect of Different Surface Treatments on Bond Strength of Resin Cement to a CAD/CAM Restorative Material. *J Prosthodont [Internet].* 2016 Nov 23; Available from: <http://dx.doi.org/10.1111/jopr.12574>
35. van As G. Erbium lasers in dentistry. *Dent Clin North Am.* 2004 Oct;48(4):1017–59, viii.
36. Hou Y, Shen R, Chen L, Chen Y, Jiang Y, Li J, et al. Shear Bond Strength of Different CAD/CAM Ceramics: Acid vs Er:YAG Laser Etching. *Photomed Laser Surg.* 2018 Nov;36(11):614–20.
37. Bispo LB. Condicionamento do esmalte com Er: YAG laser e ácido fosfórico: resistência à tração e microscopia eletrônica de varredura. 2000;
38. Ramos ACB. Microinfiltração marginal em cavidades de classe V preparadas com alta rotação e com laser de Érbio: YAG: estudo in vitro. 1998;
39. Kara HB, Dilber E, Koc O, Ozturk AN, Bulbul M. Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic. *Lasers Med Sci.* 2012 Mar;27(2):267–72.
40. Polat S, Cebe F, Tunçdemir A, Öztürk C, Üşümez A. Evaluation of the bond strength between aged composite cores and luting agent. *J Adv Prosthodont.* 2015 Apr;7(2):108–14.
41. Akin H, Ozkurt Z, Kirmalı O, Kazazoglu E, Ozdemir AK. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. *Photomed Laser Surg.* 2011 Dec;29(12):797–802.
42. Kursoglu P, Motro PFK, Yurdagüven H. Shear bond strength of resin cement to an acid etched and a laser irradiated ceramic surface. *J Adv Prosthodont.* 2013 May;5(2):98–103.

43. Garshasbzadeh NZ, Mirzaie M, Yassini E, Shahabi S, Chiniforush N. The Effect of Different Powers of Er:YAG Laser Treatment on Surface Morphology of an Indirect Composite Resin: SEM Evaluation. *J Lasers Med Sci*. 2014 Summer;5(3):130–4.
44. Parker S. The use of lasers in fixed prosthodontics. *Dent Clin North Am*. 2004 Oct;48(4):971–98, vii – viii.
45. Kim J-E, Kim J-H, Shim J-S, Roh B-D, Shin Y. Effect of air-particle pressures on the surface topography and bond strengths of resin cement to the hybrid ceramics. *Dent Mater J*. 2017 Jul 26;36(4):454–60.
46. Eldafrawy M, Ebroin MG, Gailly PA, Nguyen J-F, Sadoun MJ, Mainjot AK. Bonding to CAD-CAM Composites: An Interfacial Fracture Toughness Approach. *J Dent Res*. 2018 Jan;97(1):60–7.
47. Cekic-Nagas I, Ergun G, Egilmez F, Vallittu PK, Lassila LVJ. Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials. *J Prosthodont Res*. 2016 Oct;60(4):265–73.
48. Kömürçüoğlu MB, Sağırkaya E, Tulga A. Influence of different surface treatments on bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to resin cement. *J Adv Prosthodont*. 2017 Dec;9(6):439–46.
49. Ural Ç, Duran İ, Evmek B, Kavut İ, Cengiz S, Yuzbasioglu E. Light transmittance and surface roughness of a feldspathic ceramic CAD-CAM material as a function of different surface treatments. *BMC Oral Health*. 2016 Jul 15;17(1):16.
50. Trakyalı G, Malkondu Ö, Kazazoğlu E, Arun T. Effects of different silanes and acid concentrations on bond strength of brackets to porcelain surfaces. *Eur J Orthod*. 2009;31(4):402–6.
51. Venturini AB, Prochnow C, Pereira GKR, Werner A, Kleverlaan CJ, Valandro LF. The effect of hydrofluoric acid concentration on the fatigue failure load of adhesively cemented feldspathic ceramic discs. *Dent Mater*. 2018 Apr;34(4):667–75.
52. Loomans BAC, Mesko ME, Moraes RR, Ruben J, Bronkhorst EM, Pereira-Cenci T, et al. Effect of different surface treatment techniques on the repair strength of indirect composites. *J Dent*. 2017 Apr;59:18–25.
53. Ozcan M, Alander P, Vallittu PK, Huysmans M-C, Kalk W. Effect of three surface conditioning methods to improve bond strength of particulate filler resin composites. *J Mater Sci Mater Med*. 2005 Jan;16(1):21–7.
54. Arpa C, Ceballos L, Fuentes MV, Perdigão J. Repair bond strength and nanoleakage of artificially aged CAD-CAM composite resin. *J Prosthet Dent [Internet]*. 2018 Nov 5; Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.prosdent.2018.05.013>
55. Frankenberger R, Hartmann VE, Krech M, Krämer N, Reich S, Braun A, et al. Adhesive luting of new CAD/CAM materials. *Int J Comput Dent*. 2015;18(1):9–20.



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
Pró-Reitoria de Graduação
Av. Ipiranga, 6681 - Prédio 1 - 3º. andar
Porto Alegre - RS - Brasil
Fone: (51) 3320-3500 - Fax: (51) 3339-1564
E-mail: prograd@pucrs.br
Site: www.pucrs.br