

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
CURSO DE ODONTOLOGIA

FERNANDA DANI RECH

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO
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
ESCOLA DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
CURSO DE ODONTOLOGIA

FERNANDA DANI RECH

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO
DE LÍTIO PARA CAD/CAM**

Porto Alegre
2019
FERNANDA DANI RECH

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO
DE LÍTIO PARA CAD/CAM**

Dissertação apresentada como requisito para a obtenção do grau de Mestre em Odontologia, área de Dentística Restauradora, pelo programa de Pós-Graduação em Odontologia da Escola de Ciência da Saúde da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal Nível Superior- Brasil (CAPES)- Código de Financiamento 001

Porto Alegre

2019

Ficha Catalográfica

R296i Rech, Fernanda Dani

Influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico nas propriedades mecânicas de cerâmica à base de dissilicato de lítio para CAD/CAM / Fernanda Dani Rech . – 2019.

46 f.

Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCRS.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota.

1. Cerâmicas vítreas. 2. Ácido fluorídrico. 3. Resistência flexural. 4. Molhabilidade. 5. Micromorfologia. I. Mota, Eduardo Gonçalves. 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

FERNANDA DANI RECH

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO
DE LÍTIO PARA CAD/CAM**

Dissertação apresentada como requisito para a obtenção do grau de Mestre em Odontologia, área de Dentística Restauradora, pelo programa de Pós-Graduação em Odontologia da Escola de Ciências da Saúde da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

Aprovada em: ____ de _____ de _____.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota (Orientador) - PUCRS

Profa^a. Dr^a Ana Maria Spohr - PUCRS

Prof. Dr. Leonardo De Cesero – FSG

Dedico este trabalho a meus pais, por todo apoio, incentivo e suporte que sempre me deram, essenciais para o alcance de meus objetivos.

AGRADECIMENTOS

A meu orientador, Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota, pelos ensinamentos, apoio, amizade e confiança em mim depositada, essenciais para meu crescimento pessoal e profissional, meu sincero agradecimento.

À Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, na pessoa da Profa. Dr^a. Angélica Fritscher, diretora do Curso de Odontologia, pelo acolhimento nesta casa, a que serei sempre grata pela minha formação.

À Prof^a. Dr^a. Maria Martha Campos, Coordenadora do Programa de Pós-Graduação, pelos ensinamentos e exemplo intelectual.

À Prof^a. Dr^a. Ana Maria Spohr, pela valiosa contribuição na execução deste trabalho, e por agregar tanto conhecimento à minha formação, desde a graduação e, incansavelmente, durante a pós-graduação.

Ao Prof. Dr. Luís Henrique Burnett Junior, pela valiosa contribuição no planejamento desta pesquisa durante o meu estágio docente e ao longo desses dois anos de execução.

Ao Prof. Me. Sérgio Kakuta Kato e Prof. Me. Filipe Jaeger Zabala pelo auxílio nas análises estatísticas deste trabalho.

À CAPES, pelo apoio e incentivo que me permitiram realizar o curso de Pós-Graduação.

Aos Professores do Curso de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, que nortearam minha formação desde a graduação e ao longo da especialização e mestrado.

A todos os funcionários do Curso de Odontologia, pelo apoio prestado.

RESUMO

O estudo tem por objetivo avaliar, *in vitro*, a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico na superfície e resistência flexural de cerâmica à base de dissilicato de lítio para CAD/CAM. Blocos pré-sinterizados de dissilicato de lítio foram seccionados em barras (14 x 4 x 1 mm). Os espécimes foram polidos, limpos em banho ultrassônico, cristalizados e divididos em 5 diferentes grupos (n= 15), de acordo com o tempo de condicionamento: 0s (sem condicionamento), 20s, 40s, 60s e 120s. Após o condicionamento, foi realizada a leitura da rugosidade superficial (μm), a mensuração do ângulo de contato ($^{\circ}$) para avaliação da molhabilidade e o teste de flexão de três pontos para determinação da resistência flexural (MPa). Análise micromorfológica das superfícies condicionadas foi conduzida em microscópio eletrônico de varredura e microscópio de força atômica. Os dados foram submetidos ao teste ANOVA um fator e *post hoc* de Tukey ($\alpha= 0,05$). Houve diferença estatística entre os tempos testados para as variáveis avaliadas ($p=0,001$). O maior tempo de condicionamento (120s; $p=0,001$) resultou no maior valor de rugosidade (0,51 μm), menor ângulo de contato (19,23 $^{\circ}$; $p=0,001$) e menor resistência flexural (324,23 MPa; $p=0,001$). Com base nos resultados encontrados, é possível concluir que o aumento do tempo de condicionamento aumentou a rugosidade para os tempos de 20s, 60s e 120s, e reduziu o ângulo de contato em 40s e 120s, diminuindo a resistência flexural no tempo de 120s. As micrografias evidenciaram um aumento das irregularidades superficiais e da profundidade de condicionamento com o aumento do tempo de ação do ácido fluorídrico.

Palavras-chave: cerâmicas vítreas, ácido fluorídrico, resistência flexural, molhabilidade, micromorfologia.

ABSTRACT

The aim of the present study was to evaluate, *in vitro*, the influence of hydrofluoric acid etching time on the surface and the flexural strength of a CAD/CAM lithium disilicate-based glass ceramic. Pre-sintered lithium disilicate blocks were sectioned into bars (14 x 4 x 1mm). The specimens were polished, ultrasonically cleaned, crystallized and divided into 5 different groups (n = 15), according to the etching time: 0s (no etching), 20s, 40s, 60s and 120s. After conditioning, the surface roughness was assessed (μm), the contact angle measurement ($^{\circ}$) were evaluated for wettability assessment and the three-point bending test for flexural strength (MPa) determination was conducted. Micromorphological analysis of the etched surfaces was conducted in a scanning electron microscope and atomic force microscope. The data were submitted to one-way ANOVA and post hoc Tukey's test ($\alpha = 0.05$). There was a statistical difference between the times tested for the variables evaluated ($p = 0.001$). The higher conditioning time (120s, $p = 0.001$) resulted in higher roughness value (0.51 μm), lower contact angle (19.23 $^{\circ}$, $p = 0.001$) and lower flexural strength (324.23 MPa; $p = 0.001$). Based on the findings of this study, it is possible to conclude that the increase of the etching time increased surface roughness for the 20s, 60s and 120s times, and reduced the contact angle in 40s and 120s, reducing the flexural strength in the time of 120s. The micrographs evidenced an increase in surface irregularities and depth of etching with the increase in the time of hydrofluoric acid action.

Key words: glass ceramics, hydrofluoric acid, flexural strength, wettability, micromorphology.

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1 - Bloco pré-fabricado IPS e.max CAD utilizado no sistema CAD/CAM</i>	19
<i>Figura 2 - Secção do bloco na máquina de corte (a) e barras pré-cristalizadas obtidas após secção (b)</i>	19
<i>Figura 3 - Organograma de distribuição dos grupos.</i>	20
<i>Figura 4 - Rugosímetro.</i>	21
<i>Figura 5 - Analisador de Ângulo de Contato.</i>	22
<i>Figura 6 - Seringa adaptada para técnica da gota séssil, com marcação para posicionamento do corpo- de-prova</i>	22
<i>Figura 7 - Matriz metálica com hastes para posicionamento da barra em vista superior</i>	23
<i>Figura 8 - Barra posicionada perpendicularmente às hastes da matriz em vista lateral.</i>	23
<i>Figura 9 - Matriz em posição na máquina de ensaio universal com barra perpendicular.</i>	24
<i>Figura 10 - Barra com dimensões posicionadas para o ensaio mecânico.</i>	24
<i>Figura 11 - Imagens ilustrativas e médias \pm DP (em graus) das medidas de ângulo de contato das superfícies submetidas às seguintes condições:</i>	29
<i>Figura 12 - Micrografias de força atômica representativas da topografia da superfície cerâmica condicionada em diferentes tempos.</i>	34
<i>Figura 13 - Micrografias eletrônicas de varredura representativas da morfologia da superfície cerâmica condicionada em diferentes tempos (MEV,x5000 magnificação).</i>	35
<i>Figura 14 - Micrografias eletrônicas de varredura da morfologia de superfície lateral, com a profundidade (μm) da camada atacada pelo condicionamento (MEV, x1000 magnificação).</i>	36

LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 1 - Descrição e composição dos materiais utilizados no estudo</i>	<i>18</i>
<i>Tabela 2 - Análise de Variância (ANOVA).....</i>	<i>27</i>
<i>Tabela 3 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de rugosidade</i>	<i>28</i>
<i>Tabela 4 - Valores da média e desvio padrão obtidos na mensuração do ângulo de contato.....</i>	<i>29</i>
<i>Tabela 5 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de resistência flexural.....</i>	<i>30</i>
<i>Tabela 6 - Teste de Correlação de Pearson.....</i>	<i>31</i>

LISTA DE GRÁFICOS

<i>Gráfico 1 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de rugosidade.....</i>	<i>28</i>
<i>Gráfico 2 - Valores da média e desvio padrão obtidos na mensuração do ângulo de contato.....</i>	<i>29</i>
<i>Gráfico 3 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de resistência flexural.....</i>	<i>30</i>
<i>Gráfico 4 - Correlação de Pearson entre rugosidade e tempo</i>	<i>32</i>
<i>Gráfico 5 - Correlação de Pearson entre ângulo de contato e tempo</i>	<i>32</i>
<i>Gráfico 6 - Correlação de Pearson entre resistência flexural e tempo</i>	<i>33</i>

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ANOVA	<i>Analysis of Variance</i> (Análise da Variância)
CAD	<i>Computer-aided design</i> : Desenho assistido por computador
CAM	<i>Computer-aided machining</i> : Manufatura assistida por computador
DP	Desvio-Padrão
<i>et al.</i>	Abreviatura de <i>et alii</i> (e outros)
F	Força Estatística
FEG	<i>Field Emission Gun</i> (Feixe principal de elétrons)
°	Grau
gl	Grau de Liberdade
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MFA	Microscopia de Força Atômica
μl	Microlitro
μm	Micrômetro
ml	Mililitro
mm	Milímetro
N	Newton
<i>p</i>	Nível de Significância
%	Porcentagem
<i>r</i>	Correlação de Pearson
<i>Ra</i>	Rugosidade
σ	Resistência Flexural
rpm	Rotações por minuto
s	Segundo
t	Tempo
x	Magnificação

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	16
2.1 Geral.....	16
2.2 Específicos	16
3 HIPÓTESES TESTE (H1)	17
4 MATERIAIS E MÉTODO	18
4.1 MATERIAIS	18
4.2 MÉTODO.....	18
4.2.1 Comissão Científica da Escola de Ciências da Saúde	18
4.2.2 Confeção das Amostras	18
4.2.3 Condicionamento das amostras	20
4.2.4 Ensaio de rugosidade.....	21
4.2.5 Mensuração do Ângulo de Contato	21
4.2.6 Ensaio de Resistência Flexural	23
4.2.7 Análise Morfológica em Microscopia de Força Atômica (MFA) e Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo (MEV-FEG)	25
4.2.8 Análise Estatística	26
5 RESULTADOS	27
6 DISCUSSÃO	37
7 CONCLUSÃO	41
REFERÊNCIAS	42
ANEXO A - Carta de aprovação do Comitê de Ética da Escola de Ciências da Saúde da PUCRS	45
ANEXO B - Cálculo Amostral.....	46

1 INTRODUÇÃO

Na última década, em paralelo à rápida evolução dos materiais restauradores, o processo de manufatura também sofreu transformações a partir da implementação de tecnologias como a do sistema CAD/CAM. O formato pré-sinterizado dos blocos cerâmicos, associado à tecnologia assistida por computador otimiza o tempo, reduzindo etapas laboratoriais, além de manter um padrão de qualidade e acurácia, decorrentes do processo tecnológico de fabricação^{1,2}.

A evolução das propriedades mecânicas de cerâmicas vítreas foi profundamente influenciada pelo aumento na estrutura cristalina e reforço dado pelo dissilicato de lítio, o que elevou a resistência flexural desses materiais duas a três vezes, em relação às cerâmicas vítreas convencionais^{3,4,5}. Cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio mostram maior resistência à flexão e à fratura com base na maior fração do volume de cristais⁶. A cerâmica reforçada por dissilicato para o sistema CAD/CAM (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechestein) é fabricada de forma monolítica e evidencia suas ótimas propriedades mecânicas sendo utilizada para confecção de inlays, onlays e laminados, bem como para próteses parciais fixas de três unidades até o segundo pré-molar^{7,8}.

A preferência por materiais cerâmicos está diretamente relacionada ao sucesso da cimentação adesiva, a qual contribui para a longevidade da restauração⁹. Uma adequada adesão desses materiais aos cimentos resinosos é alcançada por meio da interação entre fatores físicos, químicos e mecânicos obtidos com o condicionamento da superfície cerâmica¹⁰. A cerâmica reforçada por dissilicato de lítio é uma cerâmica vítrea e o tratamento de superfície mais aceito e recorrente na literatura como abordagem prévia à cimentação é a aplicação de ácido fluorídrico seguida de uma solução de silano^{11,12,13,14}. O ácido é considerado um eficiente agente de modificação de superfície, sendo capaz de dissolver parcialmente a fase vítrea da cerâmica, expondo os cristais de dissilicato de lítio embutidos no conteúdo de cerâmicas reforçadas, criando uma apropriada microestrutura superficial¹⁵. O tamanho e número das irregularidades superficiais criadas pelo condicionamento ácido estão associados à formulação do agente condicionante, concentração e tempo de condicionamento¹⁶.

Ao mesmo tempo em que cria um padrão micromorfológico na superfície cerâmica, com microporos que permitem a interconexão com o cimento resinoso, o

ácido fluorídrico otimiza a molhabilidade da superfície, por meio da modificação da energia de superfície da cerâmica. A energia de superfície do material é umas das características físicas relacionadas à resistência de união¹⁴. Aumentar a energia livre de superfície melhora a molhabilidade¹⁷ promovendo um melhor contato entre agente cimentante e superfície cerâmica^{10,11,14}. A molhabilidade de uma superfície sólida por um líquido é estimada pelas dimensões do ângulo de contato, quanto menor o ângulo de contato, maior a molhabilidade da superfície⁶.

Embora a modificação da superfície seja crucial para o aumento da interação e retenção micromecânica entre cerâmica e cimento, o efeito dessa alteração na resistência do material restaurador também deve ser considerado, visto que a cerâmica é um material friável¹⁸. Ao mesmo tempo em que cria uma excelente resistência de união à estrutura dentária^{19,20}, o condicionamento com ácido fluorídrico provoca um efeito deletério na resistência flexural da cerâmica, evidenciado em estudos prévios, com diferentes materiais cerâmicos^{21,22,23,24,25}. No entanto, um número ainda limitado de estudos avaliam esse efeito no dissilicato de lítio para a tecnologia CAD/CAM^{9,18,26}, com resultados controversos em relação a potencial redução na resistência flexural.

Apesar da recomendação do fabricante²⁷, que sugere aplicação do ácido fluorídrico em concentração de 5% durante 20s antes da silanização, o tempo e a concentração ideais para condicionar a superfície cerâmica de dissilicato de lítio não estão claros e não há consenso na literatura^{12,28}.

Longos períodos de condicionamento podem prejudicar a completa infiltração das irregularidades pelo cimento resinoso^{19,29} e são escassos na literatura estudos que revelam qual a magnitude das alterações morfológicas que ocorrem na superfície condicionada e preparada para cimentação^{30,31}. Diante disso, não estão claros os efeitos que o condicionamento ácido produz na superfície e nas propriedades mecânicas desses materiais.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Avaliar o efeito de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 5% sobre a cerâmica vítrea à base de dissilicato de lítio para CAD/CAM.

2.2 Específicos

a) Avaliar e comparar o efeito do tempo de condicionamento na rugosidade de superfície da cerâmica.

b) Avaliar e comparar o efeito do tempo de condicionamento no ângulo de contato formado na superfície da cerâmica.

c) Avaliar e comparar o efeito do tempo de condicionamento na resistência flexural da cerâmica.

d) Avaliar e comparar qualitativamente em microscopia de força atômica e eletrônica de varredura o efeito do tempo de condicionamento na topografia e morfologia da superfície, bem como na profundidade de condicionamento da cerâmica.

3 HIPÓTESES TESTE (H1)

1. Diferentes tempos de condicionamento (0, 20, 40, 60 e 120s) produzirão diferentes rugosidades superficiais no material testado;

2. Diferentes tempos de condicionamento (0, 20, 40, 60 e 120s) produzirão diferentes ângulos de contato com a superfície do material testado;

3. Diferentes tempos de condicionamento (0, 20, 40, 60 e 120s) produzirão diferentes valores de resistência flexural no material testado;

4. Diferentes tempos de condicionamento (0, 20, 40, 60 e 120s) produzirão diferentes padrões morfológicos na superfície do material testado e diferentes profundidades de condicionamento.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados na pesquisa estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 - Descrição e composição dos materiais utilizados no estudo

Material	Composição	Fabricante	Lote
IPS e. max CAD	57-80% SiO ₂ , 11-19%Li ₂ O, 0-13% K ₂ O, 0-11% P ₂ O ₅ , 0-8% ZrO ₂ , 0-18% ZnO, 0-12% outros óxidos para colorir	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha	V04618
Condicionador de Porcelana	5% ácido fluorídrico	FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil	080217

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

4.2 MÉTODO

4.2.1 Comissão Científica da Escola de Ciências da Saúde

Este trabalho foi submetido e aprovado na Comissão Científica da Escola de Ciências da Saúde da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul (Anexo A).

4.2.2 Confeccção das Amostras

Foram confeccionadas 75 barras (14x4x1 mm), divididas aleatoriamente em 5 grupos (n=15), a partir de blocos cerâmicos à base de dissilicato de lítio parcialmente cristalizados, conforme cálculo amostral previamente obtido por meio de um estudo piloto (Anexo B). Os blocos do material cerâmico utilizado nesse estudo, IPS e.max CAD são comercializados no tamanho C16 (Cerec MC XL, Sirona, Bensheim, Alemanha), e fabricados nas dimensões de 18 x 17,8 x 15,8 mm e foram utilizados na cor LT A2, conforme Figura 1.

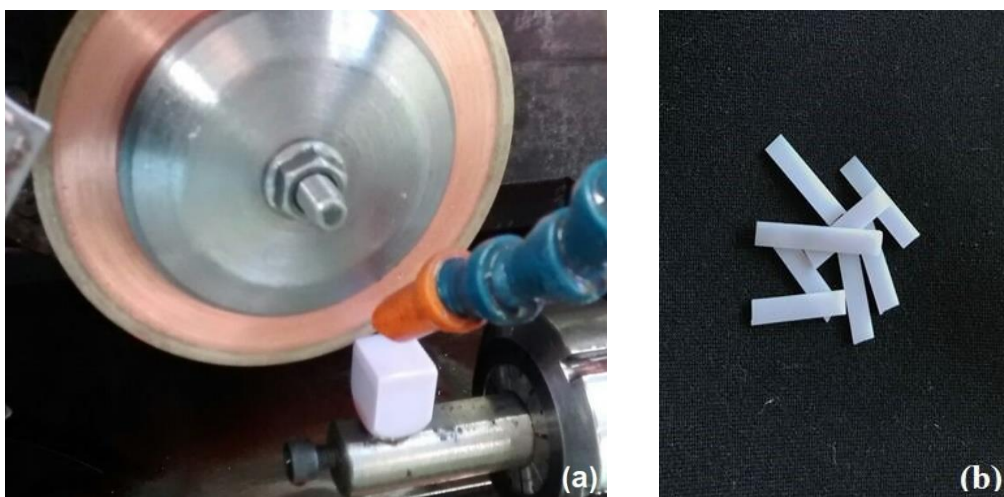
Figura 1 - Bloco pré-fabricado IPS e.max CAD utilizado no sistema CAD/CAM



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Os blocos foram levados a uma máquina de corte (Afiadora Universal PP-6025W, Beiping Machine Tool, Zhejiang, China) e seccionados em barras com dimensões de $14 \pm 0,1 \text{ mm} \times 4 \pm 0,1 \text{ mm} \times 1 \pm 0,1 \text{ mm}$ (Figura 2), de acordo com as especificações da ISO 6872:2015³³, com auxílio de um disco diamantado (Buhler Series, 15LC Diamonds, 111190Z001706), em velocidade constante de 1000 rpm sob refrigeração com água. Cada barra obtida foi polida manualmente, em ambos os lados, com lixas de carbetto de silício nas granulações de #400, #600 e #1200 sob água corrente, a fim de remover irregularidades externas. As medidas foram verificadas com um paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana Ltda, Suzano, São Paulo, Brasil).

Figura 2 - Secção do bloco na máquina de corte (a) e barras pré-cristalizadas obtidas após secção (b)



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

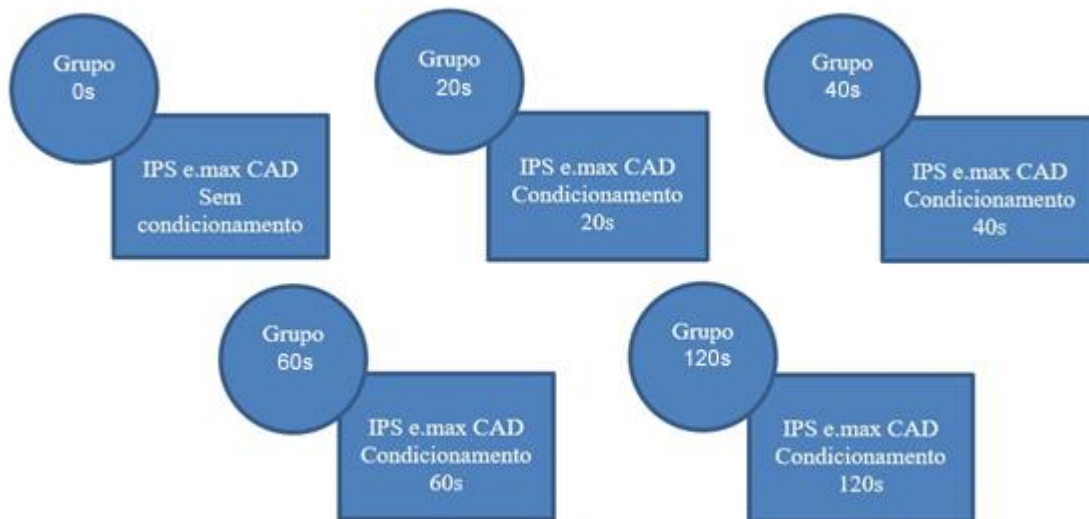
As barras foram limpas em cuba ultrassônica (L100, Schuster, Santa Maria, RS, Brasil) com álcool isopropílico (Isopropanol 99,8%, Implastec, São Paulo, Brasil)

durante 5 min para remoção de resíduos provenientes das lixas e cristalizadas seguindo o programa de queima e forno à vácuo recomendado pelo fabricante.

4.2.3 Condicionamento das amostras

As amostras foram condicionadas com ácido fluorídrico a 5% de acordo com o tempo de condicionamento 0s, 20s, 40s, 60s e 120s²² da superfície com ácido fluorídrico a 5%, conforme organograma expresso na Figura 3.

Figura 3 - Organograma de distribuição dos grupos.



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

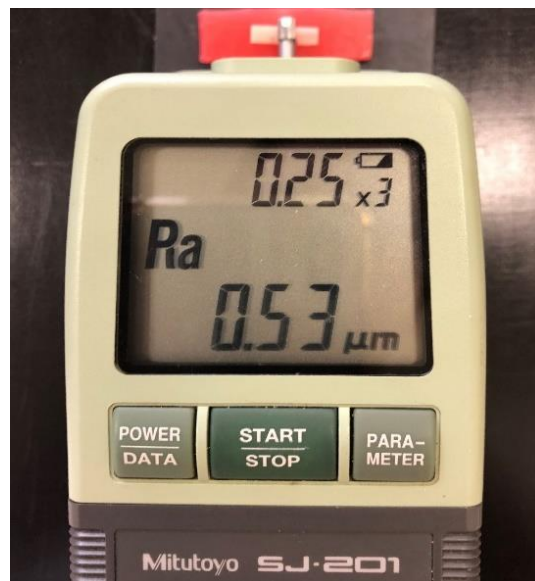
Apenas uma face (superior) de cada barra foi condicionada, mantendo as demais livres de condicionamento. Os grupos 20s ao 120s tiveram as barras condicionadas de acordo com o respectivo tempo estabelecido. O ácido fluorídrico foi removido da superfície com jato de água seguido de secagem com ar comprimido. Após, as amostras foram limpas em cuba ultrassônica com água destilada durante 5 minutos, para remoção de impurezas. O grupo 0s foi o controle negativo, sem condicionamento, e o grupo 20s foi o controle positivo, de acordo com a recomendação do fabricante.

4.2.4 Ensaio de rugosidade

Em todos os grupos, o valor médio de rugosidade superficial (R_a , μm) foi registrado usando um Rugosímetro SJ 201 (Mitutoyo, Kawasaki, Honshu, Japão) (Figura 4).

As medidas foram efetuadas em 3 pontos distintos (um central, um na extremidade direita e outro na extremidade esquerda) de cada corpo-de-prova, com um *cutoff* de 0,25. A leitura da rugosidade foi perpendicular à direção do polimento, sendo portanto perpendicular ao longo eixo da amostra. Os valores de R_a (μm) foram registrados para cada leitura (R_a é a média aritmética dos valores absolutos de picos e vales de uma superfície), sendo o valor final de R_a para cada amostra, a média obtida entre as 3 leituras.

Figura 4 - Rugosímetro



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

4.2.5 Mensuração do Ângulo de Contato

Para avaliação da molhabilidade da superfície, o ângulo de contato de cada superfície cerâmica foi medido usando um Analisador de Ângulo de Contato (Phoenix 300, SEO, Coréia do Sul) (Figura 5) conectado a um computador com software específico (Surfaceware 9, SEO), por meio da técnica da gota séssil. Usando uma agulha, uma gota (11 μl) de água deionizada foi dispensada no centro de cada corpo-

de-prova posicionado na marcação previamente estabelecida, no intuito de padronizar a área central para mensuração (Figura 6). O ângulo de contato foi medido após 5s da água ser dispensada.

Figura 5 - Analisador de Ângulo de Contato



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Figura 6 - Seringa adaptada para técnica da gota séssil, com marcação para posicionamento do corpo- de-prova

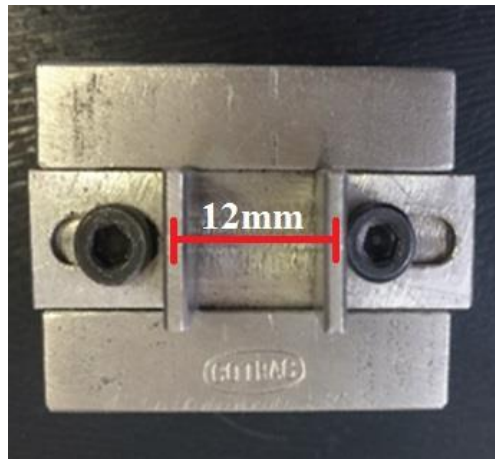


Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

4.2.6 Ensaio de Resistência Flexural

As barras tiveram suas dimensões (comprimento, largura e espessura) apuradas por um paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana Ltda, Suzano, São Paulo, Brasil) e foram submetidas ao ensaio de resistência flexural de três pontos, conforme ISO 6872:2015³². Cada barra foi posicionada, com a superfície condicionada voltada para baixo, em uma matriz metálica com hastes, cujos centros estavam afastados a uma distância de 12mm entre si e, sobre as quais a face mais larga da barra foi posicionada perpendicularmente, conforme Figuras 7 e 8.

Figura 7 - Matriz metálica com hastes para posicionamento da barra em vista superior



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

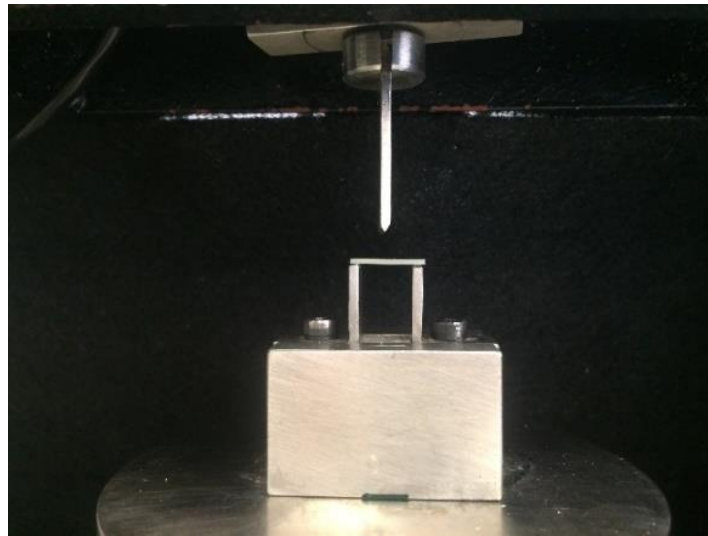
Figura 8 - Barra posicionada perpendicularmente às hastes da matriz em vista lateral.



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

A matriz foi colocada na máquina de ensaio universal EMIC (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil). O ensaio foi conduzido com uma célula de carga de 500N, a uma velocidade de 0,5mm/minuto e a carga foi aplicada na face com largura de 4mm, em uma linha perpendicular ao longo eixo da amostra, conforme Figuras 9 e 10, até a fratura da mesma.

Figura 9 - Matriz em posição na máquina de ensaio universal com barra perpendicular.



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Figura 10 - Barra com dimensões posicionadas para o ensaio mecânico.



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Os valores resultantes da Força Máxima (N) obtidos no *software* Mtest (T-Systems, São Paulo, Brasil) foram convertidos em MPa por meio da seguinte fórmula para resistência flexural(σ):

$$\sigma = \frac{3 P l}{2 w b^2}$$

Onde P é a força máxima de fratura (em N), l é a distância da amostra (centro a centro das hastes, em mm), w é a largura da amostra (dimensão perpendicular à carga aplicada, em mm) e b é a espessura do espécime (dimensão de lado paralelo à direção da carga aplicada, em mm).

4.2.7 Análise Morfológica em Microscopia de Força Atômica (MFA) e Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo (MEV-FEG)

Dois fragmentos de cada grupo, obtidos após o ensaio de resistência flexural, aleatoriamente selecionados, foram previamente examinados em microscopia de força atômica (Dimension Icon PT, Bruker, Califórnia, EUA) para obtenção de imagens, no intuito de avaliar a topografia da superfície. As amostras foram varridas por uma sonda (TAP525A, Bruker, Califórnia, EUA) e as imagens capturadas (60x60 μm) foram analisadas em um software (NanoScope Analysis 1,5, Bruker, Califórnia, EUA). Após, as amostras foram colocadas em suportes metálicos (*stubs*), com a superfície condicionada orientada para cima, fixadas por fita dupla face de cobre e metalizadas (Bal-tec Limited, Liechtenstein) com liga de Ouro-Paládio para análise em microscopia eletrônica de varredura (Inspect F50, FEI).

A fim de avaliar a profundidade de condicionamento, duas amostras representativas de cada grupo foram obtidas nas dimensões de 4x4x2 mm, a partir de blocos idênticos àqueles usados para obtenção das barras. As amostras tiveram as superfícies laterais isoladas com resina fotopolimerizável TOP DAM (FGM, Joinville, SC, Brasil) como forma de garantir apenas uma face (superior) a ser condicionada, nos mesmos tempos de 0s, 20s, 40s, 60s, e 120s. As amostras foram metalizadas e observadas em microscópio eletrônico de varredura com a superfície fronto-lateral (condicionada indiretamente) orientada para cima. Foram feitas medidas da área

alterada pelo condicionamento, para obtenção da profundidade desse condicionamento.

4.2.8 Análise Estatística

Para análise das médias de rugosidade Ra (μm), ângulo de contato ($^\circ$) e resistência flexural (MPa), os dados foram submetidos ao teste one-way ANOVA, tendo como fator fixo o tempo de condicionamento da superfície cerâmica, seguido pelo teste de Tukey, ao nível de significância de 5%.

Os dados das variáveis dependentes (rugosidade, ângulo de contato e resistência flexural em comparação ao tempo de condicionamento) foram submetidos ao teste de Correlação de Pearson, ao nível de significância de 1%.

A análise das amostras em microscopia de força atômica e varredura foi qualitativa.

5 RESULTADOS

A partir da metodologia utilizada neste estudo, pode-se observar que a rugosidade, o ângulo de contato e a resistência flexural da cerâmica IPS e.max CAD apresentam diferenças estatisticamente significantes entre si quando avaliados em diferentes tempos de condicionamento da superfície ($p = 0,001$) (Tabela 2).

A rugosidade Ra (μm) variou de $0,28 \pm 0,09$ (0s) a $0,51 \pm 0,14$ (120s), apresentando diferença estatística entre os grupos ($p=0,001$), conforme tabela 2. Houve diferença significativa do tempo 0s para 20s, 60s e 120s, com aumento da rugosidade, não havendo diferença estatisticamente significativa na rugosidade dos grupos 20s, 40s, 60 e 120s, conforme tabela 3 e gráfico 1.

O ângulo de contato ($^\circ$) variou de $19,23 \pm 5,73$ (120s) a $39,46 \pm 18,88^\circ$ (20s), com diferença estatística entre os grupos ($p=0,001$), conforme tabela 2. Houve redução estatisticamente significativa do ângulo de contato entre os grupos 0s e 40s, 0s e 120s, 20s e 40s e 20s e 60s, não havendo diferença estatística entre os grupos 0s e 20s, 0s e 60s, 40s, 60s e 120s, conforme tabela 4, gráfico 2 e figura 11.

A resistência flexural (MPa) variou de $324,23 \pm 45,40$ (120s) a $426,39 \pm 53,24$ (0s). Houve diferença estatística entre os grupos ($p=0,001$), conforme tabela 2. Houve redução estatisticamente significativa da resistência flexural apenas para o grupo 120s, sendo que os demais não diferiram entre si, conforme tabela 5 e gráfico 3.

Tabela 2 - Análise de Variância (ANOVA)

		Soma dos quadrados	Grau de Liberdade (gl)	Média dos quadrados	F	Significância
Rugosidade	Entre os grupos	0,48	4	0,12	5,97	0,001
	Dentro dos grupos	1,42	70	0,20		
	Total	1,90	74			
Ângulo de Contato	Entre os grupos	4314,56	4	1078,64	8,94	0,001
	Dentro dos grupos	8444,95	70	120,64		
	Total	12759,50	74			
Resistência Flexural	Entre os grupos	81935,99	4	20483,98	8,33	0,001
	Dentro dos grupos	172211,05	70	2460,16		
	Total	254147,04	74			

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

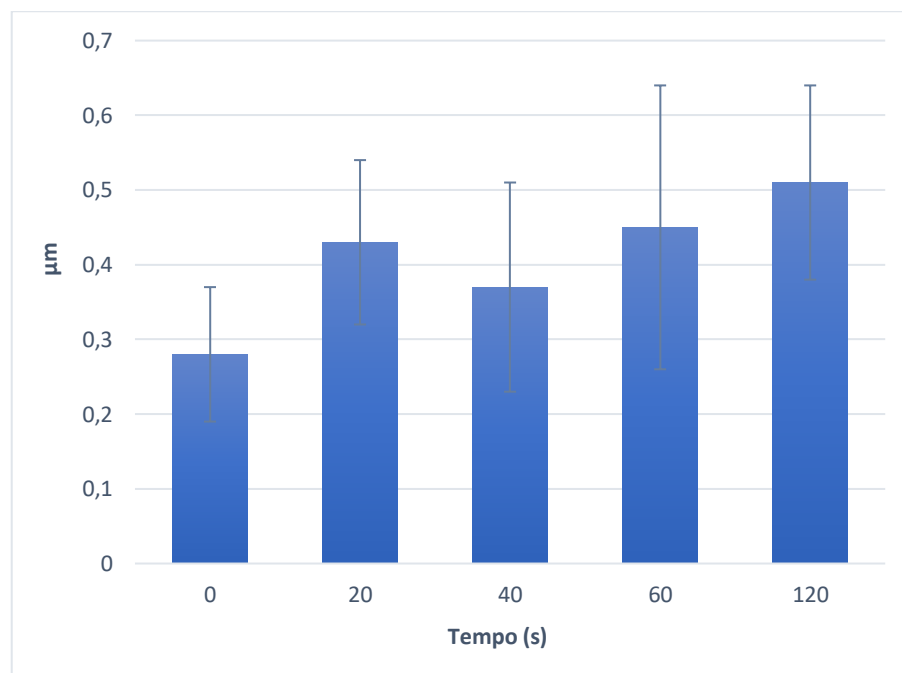
Tabela 3 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de rugosidade

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	0,28 ^b	0,09
20	0,44 ^a	0,11
40	0,37 ^{ab}	0,15
60	0,45 ^a	0,19
120	0,51 ^a	0,14

*Letras distintas determinam diferença significativa no teste de Comparações Múltiplas de Tukey ao nível de significância de 5%.

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Gráfico 1 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de rugosidade



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

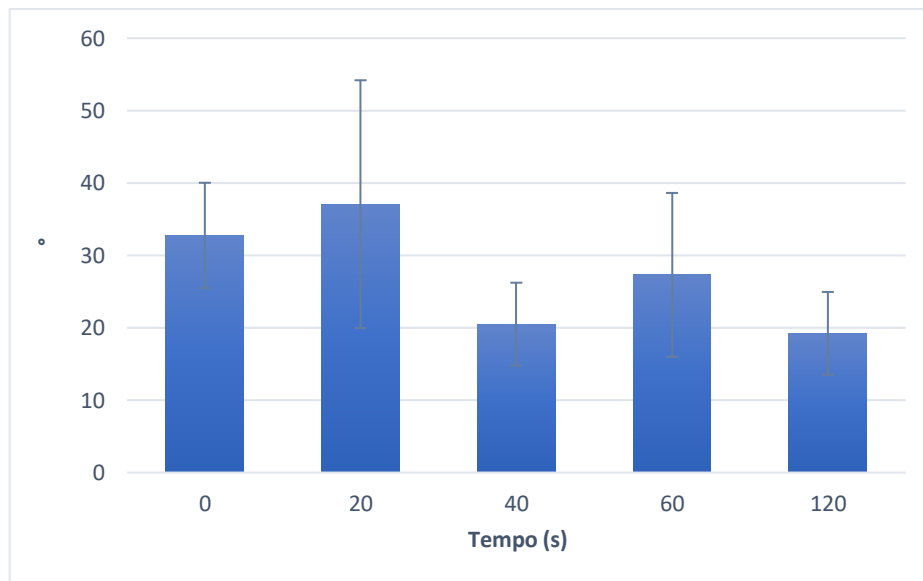
Tabela 4 - Valores da média e desvio padrão obtidos na mensuração do ângulo de contato.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	32,76 ^{ab}	7,27
20	39,46 ^a	18,88
40	20,51 ^c	5,72
60	27,31 ^{bc}	11,32
120	19,23 ^c	5,73

*Letras distintas determinam diferença significativa no teste de Comparações Múltiplas de Tukey ao nível de significância de 5%.

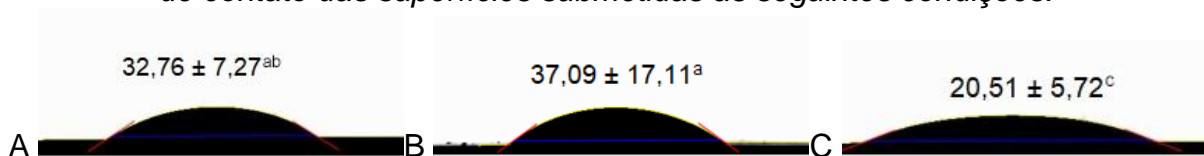
Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

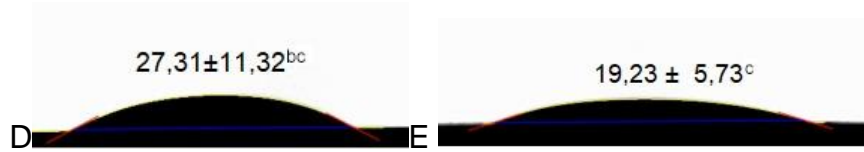
Gráfico 2 - Valores da média e desvio padrão obtidos na mensuração do ângulo de contato



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Figura 11 - Imagens ilustrativas e médias \pm DP (em graus) das medidas de ângulo de contato das superfícies submetidas às seguintes condições:





Nota: A. Sem condicionamento B. Condicionadas por 20s C. Condicionadas por 40s D. Condicionadas por 60s E. Condicionadas por 120s.

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

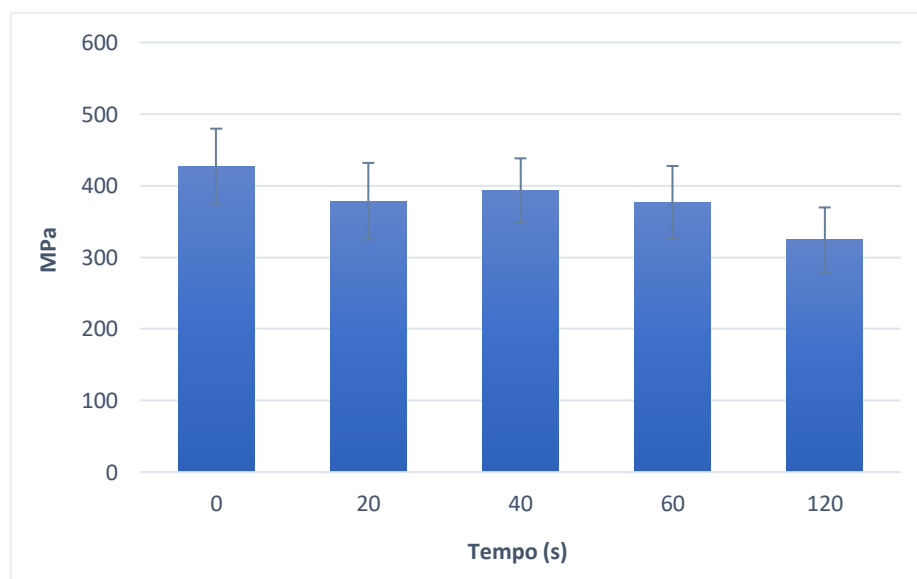
Tabela 5 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de resistência flexural

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	426,39 ^a	53,24
20	378,48 ^a	53,35
40	393,69 ^a	44,50
60	376,78 ^a	50,77
120	324,23 ^b	45,40

*Letras distintas determinam diferença significativa no teste de Comparações Múltiplas de Tukey ao nível de significância de 5%.

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Gráfico 3 - Valores da média e desvio padrão obtidos no ensaio de resistência flexural



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Ao aplicar o teste de Correlação de Pearson (tabela 6), foi observada correlação entre as variáveis dependentes rugosidade, ângulo de contato e resistência flexural com a variável independente tempo, a um nível de significância de 1%. Houve correlação positiva média entre rugosidade e tempo ($r=0,42$), ou seja, aumentando o tempo de condicionamento obteve-se maior rugosidade, conforme gráfico 4. Enquanto a correlação entre ângulo de contato e tempo foi média negativa ($r=-0,42$), bem como entre resistência flexural e tempo ($r=-0,53$), inferindo que aumentando o tempo de condicionamento, há uma redução no ângulo de contato e resistência flexural, conforme gráficos 5 e 6, respectivamente.

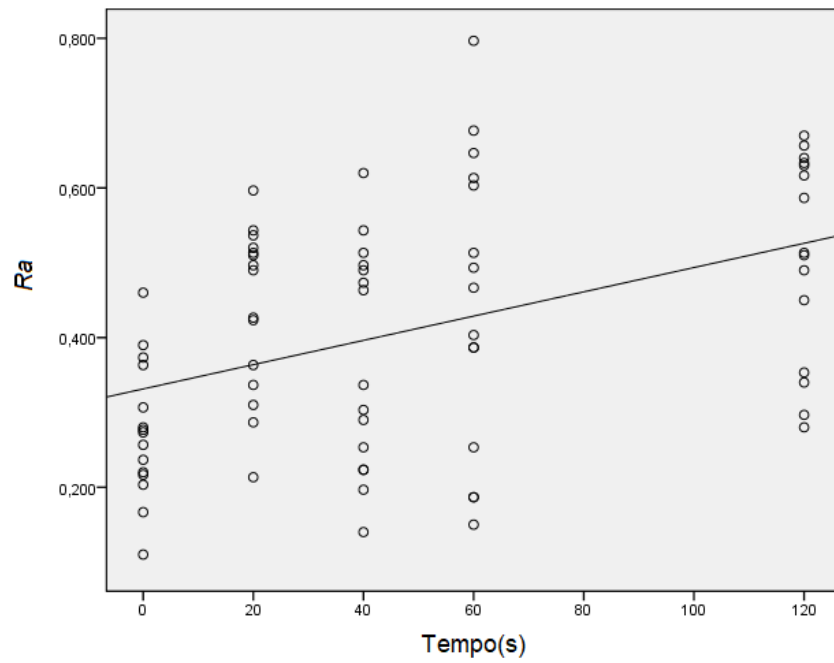
Tabela 6 - Teste de Correlação de Pearson

		Tempo	Rugosidade	Ângulo de Contato	Resistência Flexural
Rugosidade	Correlação de Pearson	0,42	1	-0,03	-0,19
	Significância	0,001**	0,77	0,77	0,40
	n	75	75	75	75
Ângulo de Contato	Correlação de Pearson	-0,42	-0,03	1	0,04
	Significância	0,001**	0,77	0,77	0,73
	n	75	75	75	75
Resistência Flexural	Correlação de Pearson	-0,53	-0,19	0,04	1
	Significância	0,001**	0,09	0,73	0,73
	n	75	75	75	75

** Correlação é significativa ao nível de 1%.

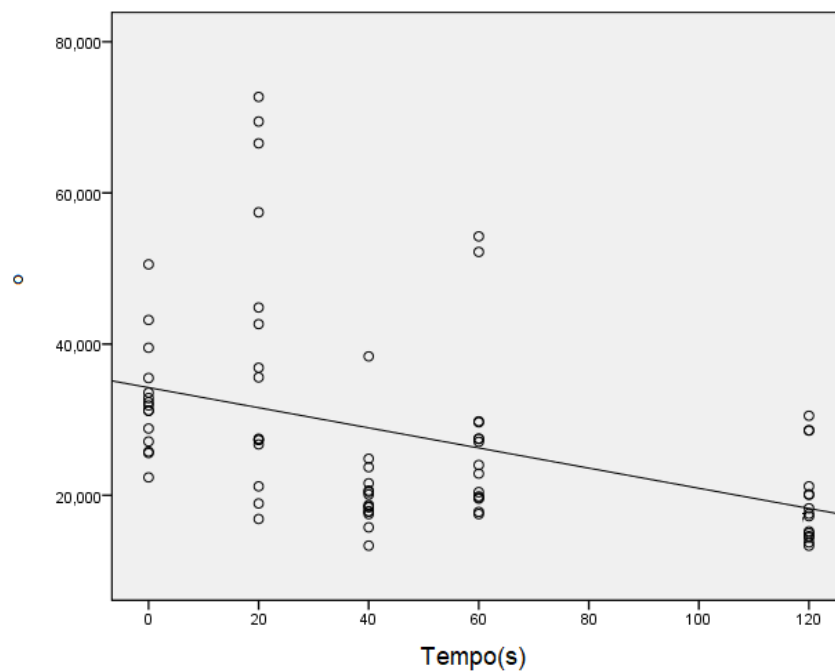
Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Gráfico 4 - Correlação de Pearson entre rugosidade e tempo



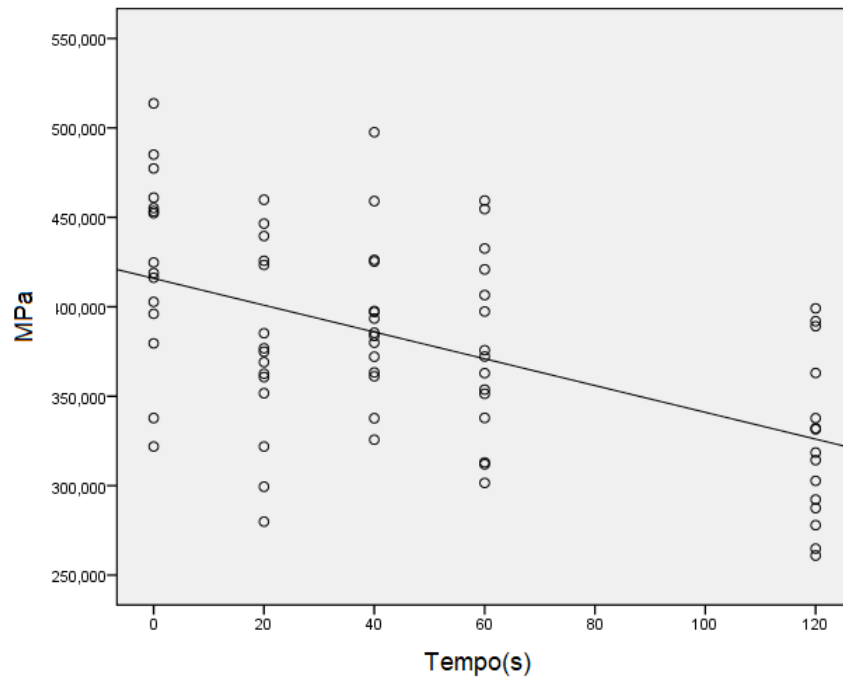
Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Gráfico 5 - Correlação de Pearson entre ângulo de contato e tempo



Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Gráfico 6 - Correlação de Pearson entre resistência flexural e tempo

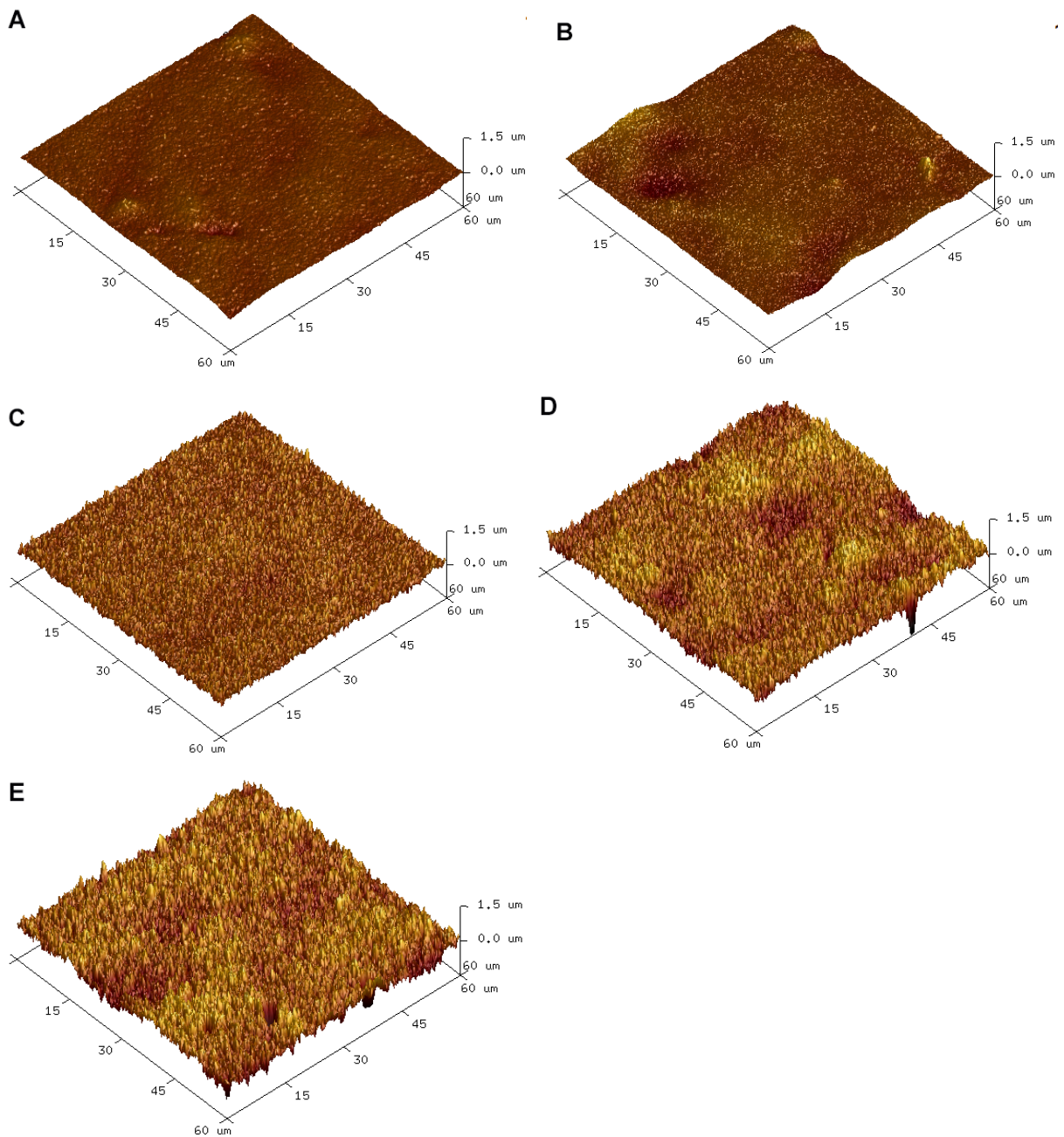


Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Análises dos diferentes tempos de tratamento na superfície da cerâmica foram feitas por meio de Microscopia de Força Atômica (MFA) e Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo (MEV-FEG), fornecendo informações importantes relacionadas à topografia e morfologia da superfície. A cerâmica não condicionada apresenta-se lisa e homogênea (figuras 12A e 13A), tornando-se gradativamente porosa e irregular com o aumento do tempo de condicionamento (figuras 12B-E e 13B-E).

Análises em MEV-FEG das amostras confeccionadas com o objetivo de avaliar a profundidade de condicionamento, evidenciaram a camada atacada pelo ácido, a qual aumentou com o tempo de condicionamento (figura 14A-E).

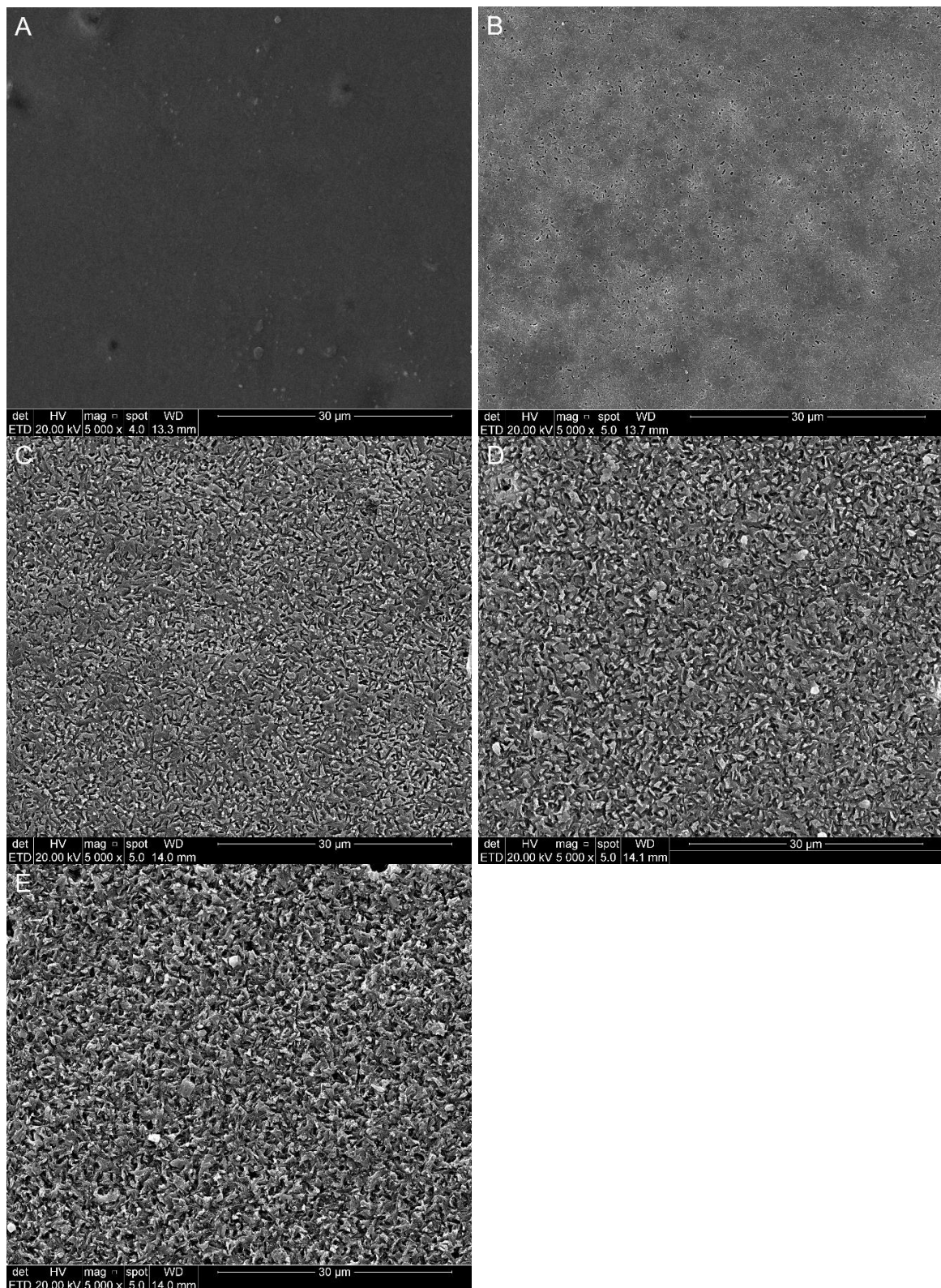
Figura 12 - Micrografias de força atômica representativas da topografia da superfície cerâmica condicionada em diferentes tempos.



Nota: **A.** Sem condicionamento **B.** Condicionadas por 20s **C.** Condicionadas por 40s
D. Condicionadas por 60s **E.** Condicionadas por 120s.

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

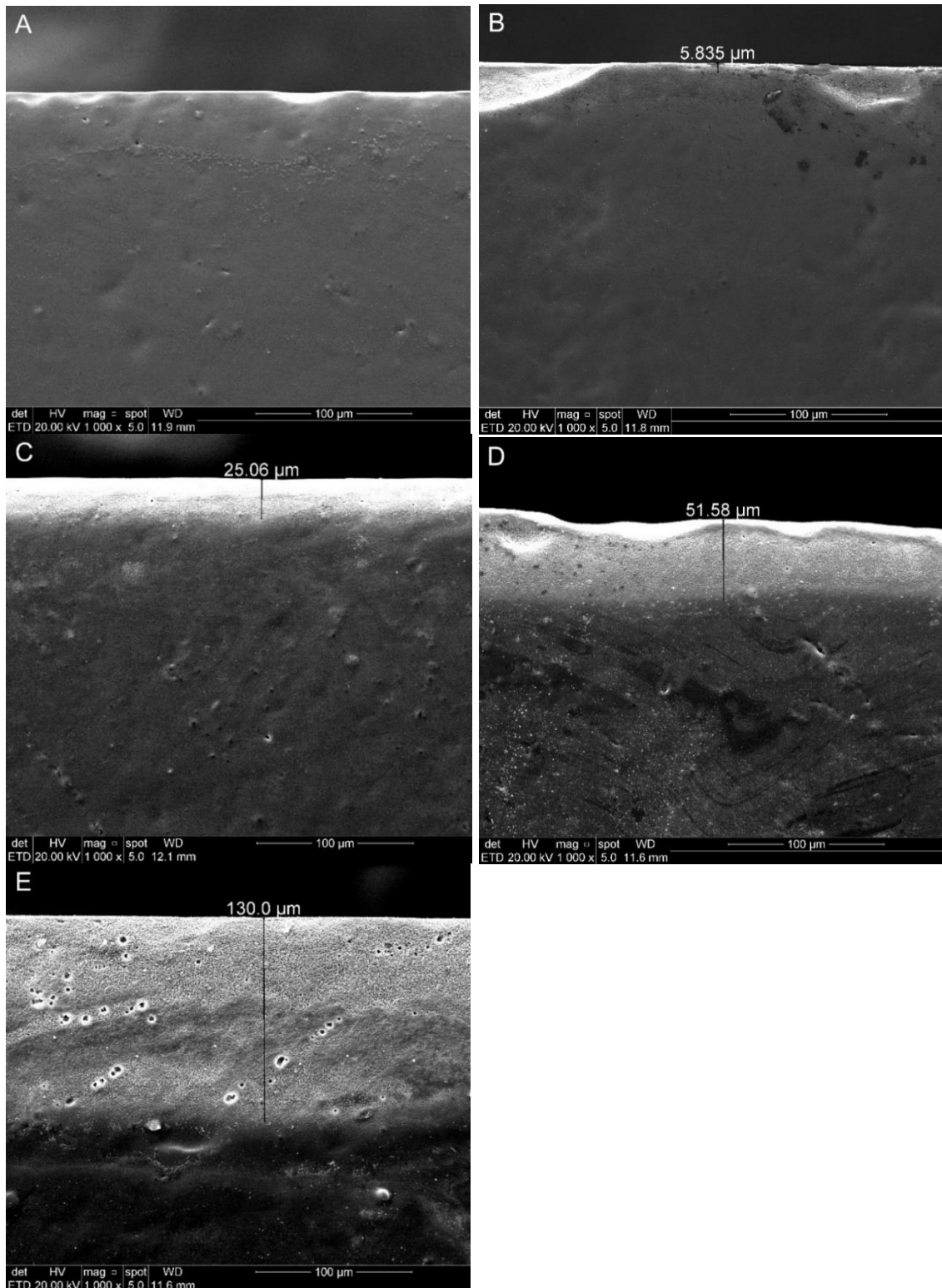
Figura 13 - Micrografias eletrônicas de varredura representativas da morfologia da superfície cerâmica condicionada em diferentes tempos (MEV, x5000 magnificação).



Nota: A. Sem condicionamento B. Condicionadas por 20s C. Condicionadas por 40s D. condicionadas por 60s E. condicionadas por 120s.

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

Figura 14 - Micrografias eletrônicas de varredura da morfologia de superfície lateral, com a profundidade (μm) da camada atacada pelo condicionamento (MEV, x1000 magnificação).



Nota: A. Sem condicionamento B. Condicionadas por 20s C. Condicionadas por 40s D. condicionadas por 60s E. condicionadas por 120s.

Fonte: Autora da pesquisa, 2019.

6 DISCUSSÃO

Embora o método padrão de condicionamento prévio à cimentação de cerâmicas vítreas, requerendo ácido fluorídrico seguido de silanização, pareça estar claramente entendido, é importante elucidar mais as alterações que esse processo gera na superfície e nas propriedades mecânicas das cerâmicas, em especial das recentemente introduzidas com a tecnologia CAD/CAM, no intuito de buscar uma otimização desse efeito na performance das restaurações cerâmicas. O presente estudo *in vitro* avaliou a influência de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico nas alterações topográficas e morfológicas da superfície, e nas propriedades mecânicas da cerâmica à base de dissilicato de lítio para CAD/CAM. Os achados dessa investigação indicam que o tempo de condicionamento interfere diretamente na rugosidade superficial ($p=0,001$), no ângulo de contato ($p=0,001$) e na resistência flexural da cerâmica ($p=0,001$). No entanto, os diferentes tempos apresentaram comportamentos distintos dentro das variáveis testadas, aceitando parcialmente as hipóteses iniciais.

Os resultados deste estudo mostraram que o condicionamento aumenta a rugosidade da superfície, concordando com estudos prévios^{6,9,22,30,31}. O tempo de condicionamento teve uma correlação moderada positiva com a rugosidade da superfície ($p=0,001$ e $r=0,43$), concordando com demais autores^{6,30,31} que também reportaram correlação positiva entre essas variáveis. No entanto, o presente estudo, apesar de apresentar maiores valores numéricos de rugosidade com o aumento do tempo, esses não foram significantes entre os tempos 20s, 40s, 60s e 120s, apresentando-se com diferença estatística apenas quando comparados ao grupo controle negativo (sem condicionamento), diferindo de estudos prévios^{9,22,30,31}, porém com tendência semelhante à encontrada por Stawarczyk *et al.*⁶. Uma possível explicação para tal comportamento pode estar relacionada aos defeitos de superfície (riscos) produzidos pelo método de corte do material, com equipamento diferente dos utilizados nos demais estudos^{9,22,30,31} e que não foram removidos com o polimento. O padrão de superfície criado no corte pode ter se sobreposto às alterações criadas pelo condicionamento com ácido fluorídrico nos tempos menores.

O ângulo de contato reduziu após condicionamento com ácido fluorídrico nos tempos de 40s e 120s, indicando um aumento na molhabilidade da superfície ($p=0,001$), de acordo com resultados de outros estudos com diferentes materiais

cerâmicos^{14,33,34}, diferentemente do descrito por Ramakrishnaiah *et al.*³⁰, os quais observaram redução para os tempos de 20, 40 e 80s. No presente estudo não houve diferença estatística entre os tempos a partir de 40s. Uma possível explicação pode estar relacionada ao desvio padrão maior que no estudo citado. Tal comportamento pode ser relacionado ao observado por Starwarczyk *et al.*⁶ para o mesmo material, porém os autores obtêm valores de energia livre de superfície, que aumenta com o tempo de condicionamento. Como o aumento na energia livre da superfície resulta em aumento da molhabilidade (redução do ângulo de contato)^{16,35}, tais resultados podem ser comparados, exibindo a mesma tendência. A molhabilidade é um fator crucial para a resistência de união da cerâmica ao compósito resinoso usado na cimentação³⁰. O condicionamento ácido aumenta a área de superfície da cerâmica por criar microporos pelos quais o adesivo penetra, promovendo um intertravamento micromecânico durável³⁶. Portanto, a redução no ângulo de contato determinada pelo aumento do tempo de condicionamento da superfície pode ser relacionada a um aumento do potencial adesivo da cerâmica, conforme evidenciado por Amaral *et al.*¹⁴ em cerâmica feldspática. A correlação moderada negativa entre o tempo de condicionamento e o ângulo de contato ($p= 0,001$ e $r= -0,42$), sugere que a molhabilidade aumenta significativamente com o aumento do tempo de condicionamento, devido a um aumento na energia livre de superfície^{30,37}.

A resistência flexural é uma importante propriedade que determina a performance de materiais frágeis³⁸, podendo ser afetada pelas irregularidades superficiais criadas pelo condicionamento com ácido fluorídrico³⁹. No presente estudo, o ácido fluorídrico teve uma influência negativa na resistência flexural após 120 segundos de condicionamento, não ocorrendo variação entre os demais tempos de condicionamento, incluindo o grupo controle, sem condicionamento. Esses resultados concordam com o observado por Zogheib *et al.*⁹, que reportaram uma redução da resistência flexural para o dissilicato de lítio CAD em tempos superiores a 90 segundos, utilizando ácido fluorídrico a 4,9%. O mesmo comportamento foi constatado na cerâmica de dissilicato de lítio injetada, testada em outros estudos que utilizaram ácido fluorídrico a 9% e 9,5%, reportando redução da resistência flexural em relação ao grupo controle não condicionado, após um período de 2 minutos de condicionamento^{21,22}. No entanto, os resultados desse estudo discordam de Menees *et al.*²⁶, que não encontraram efeito deletério na resistência flexural da cerâmica após a ação do ácido fluorídrico em mesma concentração (5%) e para o mesmo período

(120 segundos). Há de se ressaltar que o desvio padrão do estudo de Menees *et al.*²⁶ foi consideravelmente maior que o estudo em questão, estando os valores de resistência flexural obtidos para o grupo controle não condicionado (476,5 MPa), para o período de 20 segundos (343,7 MPa) e 120 segundos (333,8 MPa) todos dentro do desvio padrão dos valores obtidos no presente estudo. Prochnow *et al.*¹⁸ não encontraram variação na resistência flexural do mesmo material, porém variando apenas a concentração do ácido fluorídrico (de 5% para 9,5%) e mantendo o mesmo tempo de condicionamento (20s). Apesar do efeito deletério provocado na cerâmica de dissilicato de lítio após 120 segundos no estudo de Xiaoping *et al.*²², os autores relatam uma recuperação dos valores de resistência flexural, com fortalecimento da cerâmica após a cimentação com cimento resinoso.

As alterações morfológicas da superfície após o condicionamento ácido, observadas em microscopia de força atômica e eletrônica de varredura (figuras 12 e 13, respectivamente), claramente evidenciam o efeito de diferentes tempos de condicionamento e assemelham-se a estudos prévios^{9,22,30,31}. As imagens sugerem uma superfície mais lisa e homogênea nas amostras não condicionadas (figuras 12A e 13A) e um aumento nas irregularidades, com vales mais profundos e picos mais altos nas superfícies condicionadas (figuras 12B-E e 13B-E). Uma tendência crescente é observada com o aumento do tempo de condicionamento, com dissolução gradual da matriz vítrea e maior exposição dos cristais de dissilicato de lítio^{9,18,26,30}. Além disso, tempos maiores de condicionamento evidenciaram a formação de microporos (figura 13E), devido à dissolução de maior quantidade de matriz vítrea. É possível que o tratamento de superfície não só remova o conteúdo vítreo, expondo a estrutura cristalina, como também remova os grãos de dissilicato de lítio mais finos e sem suporte, criando sulcos e microdefeitos, conforme ressaltado por Prochnow *et al.*¹⁸ e Xiaoping *et al.*²². Apesar das alterações claras entre os diferentes tempos nas micrografias, estas não necessariamente representaram efeitos sobre a rugosidade, ângulo de contato e resistência flexural do material, no presente estudo.

As imagens qualitativas obtidas por meio da observação lateral da amostra em MEV, evidenciam a penetração do ácido no material, produzindo mais e maiores irregularidades, com um aumento da profundidade proporcional ao aumento do tempo de condicionamento (figuras 14B-E), conforme reportado em estudos recentes^{30,31}. Tal tendência corrobora com os resultados de Murillo-Gomez *et al.*³¹, no entanto, para os mesmos tempos (20s e 60s), os autores encontraram profundidades maiores (57,4

μm e $224,4 \mu\text{m}$, respectivamente) do que as obtidas nesse estudo ($5,85 \mu\text{m}$ e $51,58 \mu\text{m}$). Pode-se especular que essa diferença é devido à dificuldade de padronizar o ponto inicial de medida (face lateral indiretamente condicionada), podendo ser facilmente confundido com parte da superfície. Além disso, o presente estudo não utilizou o software para tratamento de imagem utilizado pelos outros autores como recurso auxiliar para distinguir as alterações por escala de cor.

O aumento do tempo de condicionamento aumentou a molhabilidade ($p=0,001$) da superfície em 40s e 120s, sem prejuízo à resistência flexural no tempo de 40s. A molhabilidade da superfície está relacionada a uma maior área de superfície para infiltração do adesivo e do cimento resinoso, no entanto, a profundidade de condicionamento alcançada em tempos acima de 40s, por ser bem maior, pode afetar a reflexão e difração da luz, podendo interferir na cor da restauração final.

Dentro dos achados desse estudo pode-se inferir que um tempo de condicionamento de 40 segundos, diferindo da recomendação do fabricante, obtém um padrão mais favorável de condicionamento, com dissolução de parte do conteúdo vítreo, criando microporosidades que promovem maior molhabilidade da superfície, permitindo melhor espalhamento e reação do silano com o cimento resinoso, sem prejuízo à resistência flexural do material. Além disso, é um tempo adequado que não estende o tempo clínico dessa etapa.

Deve ser salientado que o presente estudo tem limitações. Primeiramente, o teste de resistência flexural foi realizado sem considerar carga por fadiga prévia, o que poderia gerar irregularidades na superfície do material e reduzir a resistência flexural. Além disso, não foi considerada a recuperação dos valores de resistência do material com a cimentação, como previamente descrito²², nem a dimensão da penetração do agente cimentante na profundidade criada pelo condicionamento. Apenas uma concentração de ácido (5%) foi testada. Sugerem-se estudos futuros de resistência de união e avaliação da interface com cimento resinoso, considerando as condições clínicas como ambiente úmido e carga cíclica. Mais estudos avaliando o efeito do tempo de condicionamento na micromorfologia da superfície cerâmica, considerando a profundidade de ação desse agente modificador de superfície são sugeridos.

7 CONCLUSÃO

- Diante das limitações desse estudo *in vitro*, o condicionamento com ácido fluorídrico aumentou significativamente a rugosidade da superfície cerâmica nos tempos de 20s, 60s e 120s em comparação ao grupo controle, sem condicionamento.

- Houve redução do ângulo de contato nos tempos 40s e 120s.

- Houve redução da resistência flexural após 120s de condicionamento com ácido fluorídrico.

- Os diferentes tempos de condicionamento produziram diferentes padrões morfológicos na superfície do material, com o aumento de irregularidades e microporosidades, bem como da profundidade de ação do ácido na cerâmica, proporcionais ao tempo de condicionamento.

- Apesar da limitação do estudo, pode-se inferir um tempo de 40s de condicionamento com ácido fluorídrico a 5% em superfície cerâmica à base de dissilicato de lítio como ideal.

REFERÊNCIAS

1. Zarone F, Ferrari M, Mangano F, Leone R, Sorrentino R. Digitally-oriented materials: focus on lithium disilicate ceramics. *Int J Dent* 2016; 2016: 9840594.
2. 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; 33:84–98
3. Emslander A, Reise M, Eichberger M, Uhrenbacher J, Edelhoff D, Starwarczyk B. Impact of surface treatment of different reinforced glass-ceramic anterior crowns on load bearing capacity. *Dent Mater* 2015; 34(5): 595–604.
4. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, *et al.* Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent* 2013; 38:208-217.
5. Gracis S, Thompson V, Ferencz J, Silva N, Bonfante E. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont* 2016; 28:227–35.
6. Stawarczyk B, Hristova E, Sener B, Roos M, Edelhoff D, Keul C. Effect of hydrofluoric acid etching duration on fracture load and surface properties of three CAD/CAM glass-ceramics. *Oral Health Dent Manag* 2014; 13: 1131-1139.
7. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials. *J Dent* 2004; 32:91–99.
8. Kalacacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burges JO. Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Oper Dent* 2015; 40(4):372-378.
9. Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate based glass ceramic. *Braz Dent J* 2011; 22:45-50.
10. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999; 12:415-418.
11. Sundfeld D, Correr-Sobrinho L, Pini NI, Costa AR, Sundfeld RH, Pfeifer CS, Martins LR. The effect of hydrofluoric acid concentration and heat on the bonding to lithium disilicate glass ceramic. *Braz Dent J* 2016; 27(6): 727-733
12. Aboushelib MN, Sleem D. Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives. *J Adhes Dent* 2014; 16: 547–552.
13. Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, Burrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. *Dent Mater* 2014; 30:e147-e162.

14. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Resin Bonding to a feldspar ceramic after different ceramic surface conditioning methods: Evaluation of contact angle, surface pH, and microtensile bond strength durability. *J Adhes Dent* 2011; 13:551-560.
15. Brum R, Mazur R, Almeida J, Borges G, Caldas D. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Oper Dent* 2011; 36:478-485.
16. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont* 2002; 15:159-167.
17. Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater* 2012; 28:467-477
18. Prochnow C, Venturini AB, Grasel R, Bottino MC, Valandro LF. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2017;105:885–891.
19. Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent*. 2010; 35:420-427.
20. Erdemir U, Sancakli HS, Eren MM, Ozel S, Yucel T, Yildiz E. Shear bond strength of a new self-adhering flowable composite resin for lithium disilicate-reinforced CAD/CAM ceramic material. *J Adhes Prosthodont* 2014; 6:434–443.
21. Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics. *J Prosthodont* 2008; 17:415-419.
22. Xiaoping L, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. *Dent Mater* 2014; 30: 330-336.
23. Addison O, Marquis PM, Fleming GJP. The impact of hydrofluoric acid surface treatment on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater* 2007; 23:461–468
24. Venturini AB, Prochnow C, May LG, Bottino MC, Valandro LF. Influence of hydrofluoric acid concentration on the flexural strength of a feldspathic ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015; 48:241–248.
25. Fraga S, Valandro LF, Bottino MA, May LG. Hard machining, glaze firing and hydrofluoric acid etching: do these procedures affect the flexural strength of a leucite glass-ceramic? *Dent Mater* 2015; 31:e131–40.

26. Menees TS, Lawson NC, Beck PR, Burgess JO. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. *J Prosthet Dent* 2014;112:1164-1170
27. Scientific Documentation, Ivoclar Vivadent 2005.
28. Puppini-Rontani J, Sundfeld D, Costa AR, Correr AB, Puppini-Rontani RM, Borges GA et al. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching time on bond strength to lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent* 2017; 42(6):606-615
29. Sundfeld Neto D, Naves LZ, Costa AR, Correr AB, Consani S, Borges GA, et al.. The effect of hydrofluoric acid concentration on the bond strength and morphology of the surface and interface of glass ceramics to a resin cement. *Oper Dent* 2015; 40:470-479.
30. Ramakrishnaiah R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlinna JP, Vallittu PK. The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics. *Int J Mol Sci* 2016; 17(6):E822.
31. Murillo-Gomez F, Palma-Dibb RG, De Goes MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. *Dent Mater* 2018; 34(6):944-955.
32. ISO 6872:2015. Dentistry- Ceramic materials. 2015.
33. Venturini AB, Prochnow C, Rambo D, Gundel A, Valandro LF. Effect of hydrofluoric acid concentration on resin adhesion to a feldspathic ceramic. *J Adhes Dent* 2015; 17:313–320.
34. Prado M, Prochnow C, Marchionatti AM, Baldisssara P, Valandro LF, Wandscher VF. Ceramic surface treatment with a single-component primer: resin adhesion to glass ceramics. *J Adhes Dent* 2018; 20:99-105
35. Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont* 1995; 80:187-194.
36. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J. Dent. Res.*1987; 66, 1460–1465.
37. Matinlinna JP; Vallittu PK. Silane based concepts on bonding resin composite to metals. *J Contemp Dent Pract* 2007; 8:1–8.
38. Uctasli S, Wilson HJ: Influence of layer and stain firing on the fracture strength of heat-pressed ceramics. *J Oral Rehabil* 1996; 23:170-174
39. Addison O, Cao X, Sunnar P, Fleming GJP. Machining variability impacts on the strength of a 'chair-side' CAD-CAM ceramic. *Dent Mater* 2012; 28:880–7.

ANEXO A - Carta de aprovação do Comitê de Ética da Escola de Ciências da Saúde da PUCRS



SIPESQ
Sistema de Pesquisas da PUCRS

Código SIPESQ: 8652

Porto Alegre, 17 de maio de 2018.

Prezado(a) Pesquisador(a),

A Comissão Científica da ESCOLA DE CIÊNCIAS DA SAÚDE da PUCRS apreciou e aprovou o Projeto de Pesquisa "INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO PARA CAD/CAM".

Atenciosamente,

Comissão Científica da ESCOLA DE CIÊNCIAS DA SAÚDE

ANEXO B - Cálculo Amostral

Para que diferenças de 40 MPa sejam significativas, assumindo um desvio-padrão estimado de 30 MPa, ao nível de significância de 5% e um poder nominal de 80%, serão necessários 15 corpos de prova para cada combinação, conforme representado pelo Gráfico 1 e Figura 1.

Gráfico 1: Curva de poder para experimento fatorial

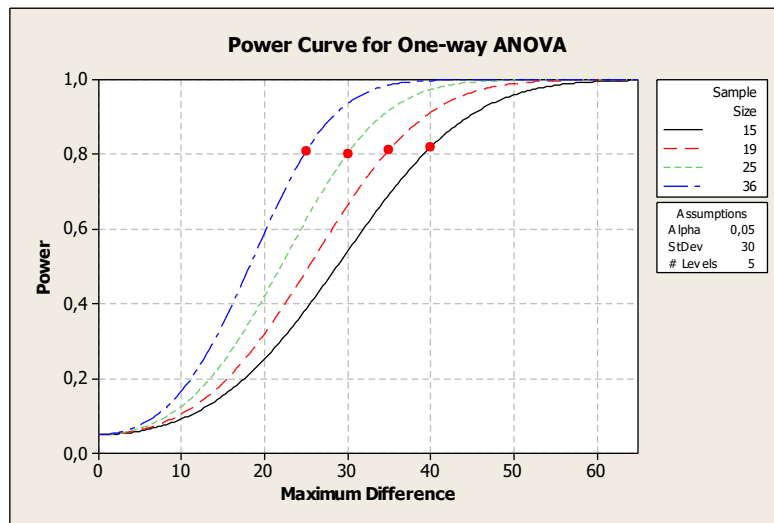


Figura 1. Saída do software Minitab para cálculo do tamanho amostral

Power and Sample Size

One-way ANOVA

Alpha = 0,05 Assumed standard deviation = 30 Number of Levels = 5

SS Means	Sample Size	Target Power	Maximum Actual Power	Difference
800	15	0,8	0,819063	40

Fonte: Autora da pesquisa, 2017.



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