



EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA E NAS CARACTERÍSTICAS TOPOGRÁFICAS DE UMA CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO REFORÇADA COM ZIRCÔNIA

Flávia Braga de Oliveira¹, Larissa Costa Freitas², Jean Soares Miranda³, Fabíola Pessoa Pereira Leite

Artigo Original

RESUMO

O objetivo desse trabalho foi avaliar a influência do tratamento de superfície na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia, submetida ao estresse por fadiga mecânica. Foram obtidas 54 amostras em formato de disco de 12 milímetros de diâmetro por 1,2 milímetro de espessura, divididos em três grupos (n=18): Ácido fluorídrico 5% por 20 segundos e silano (HF20); Ácido fluorídrico 5% por 60 segundos e silano (HF60) e aplicação de primer cerâmico (P). Adicionalmente, três amostras foram incluídas em cada grupo para fins de análises perfilométricas. As amostras foram cimentadas ao G10 com cimento resinoso Relyx u200 (3M ESPE) após cada tratamento de superfície e foram submetidos ao ensaio de ciclagem mecânica por $1,0 \times 10^6$ ciclos e posteriormente ao teste de flexão biaxial (ISO 6872) imerso em água. Os dados obtidos nesse estudo foram submetidos ao modelo estatístico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparação múltipla de Tukey. Todos os testes demonstraram diferenças estatísticas entre os grupos utilizados ($P < 0,05$), sendo o tratamento de superfície com ácido fluorídrico por 20s o mais indicado. Sendo assim, conclui-se que o tratamento de superfície altera a rugosidade e a resistência da cerâmica envolvida, e que os tratamentos de superfície com melhores resultados foram os grupos HF20 e P.

Palavras-chave: Materiais dentários, cerâmicas dentais, resistência a flexão biaxial

ABSTRACT

The objective of this work was to evaluate the influence of surface treatment on the biaxial flexural strength of a lithium disilicate ceramic reinforced with zirconia, subjected to mechanical fatigue stress. 54 disc-shaped samples measuring 12 millimeters in diameter and 1.2 millimeters thick were obtained, divided into three groups (n=18): 5% hydrofluoric acid for 20 seconds and silane (HF20); 5% hydrofluoric acid for 60 seconds and silane (HF60) and application of ceramic primer (P). Additionally, three samples were included in each group for profilometric analysis purposes. The samples were cemented to G10 with Relyx u200 resin cement (3M ESPE) after each surface treatment and were subjected to the mechanical cycling test for 1.0×10^6 cycles and subsequently to the biaxial bending test (ISO 6872) immersed in water. The data obtained in this study were subjected to the statistical model of analysis of variance (ANOVA) and Tukey's multiple comparison test. All tests demonstrated statistical differences between the groups used ($P < 0.05$), with surface treatment with hydrofluoric acid for 20 seconds being the most indicated. Therefore, it is concluded that the surface treatment changes the roughness and resistance of the ceramic involved, and that the surface treatments with the best results were the HF20 and P groups.

Keywords: Dental materials, dental ceramics, biaxial flexural resistance

Instituição afiliada – Universidade Federal de Juiz de Fora

Dados da publicação: Artigo recebido em 30 de Junho e publicado em 20 de Agosto de 2024.

DOI: <https://doi.org/10.36557/2674-8169.2024v6n8p-3227-3237>

Autor correspondente: Larissa Costa Freitas larissacostafreitas@gmail.com

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



INTRODUÇÃO

Com o progresso dos sistemas informatizados como exemplo o CAD/CAM (computer aided desing/computer aided manufacture), usado para fabricação de peças protéticas e o surgimento de novas cerâmicas odontológicas, com características mecânicas e estéticas, houve uma mudança no modo de trabalho dos Cirurgiões-Dentistas e técnicos em prótese, e também mais opções de tratamentos oferecidos (DA SILVA LUCAS et al 2020).

Entre as vitrocerâmicas, o dissilicato de lítio é um material de grande destaque clínico devido à resistência e tenacidade à fratura adequadas, além das características óticas que contribuem a restauração da estrutura dentária (MELO, 2017).

Atualmente, o mercado apresentou variações do dissilicato de lítio, como os dissilicatos de lítio infiltrados por zircônia. Essas cerâmicas apresentam os cristais mais arredondados do que os de dissilicato de lítio (RAMOS, 2016), são à base de dissilicato de lítio e contém dióxido de zircônia também, tendo como exemplo comercial o Celtra Duol da Dentsply. Essas cerâmicas são confeccionadas em blocos CAD/CAM relativamente cristalizados e características óticas e mecânicas também favoráveis devido à essa microestrutura apurada e homogênea (DA CUNHA et al., 2015). O alto percentual de cerâmica vítrea confere qualidades estéticas, no polimento e na usinabilidade (KRUGER et al., 2013). Essas cerâmicas podem ser indicadas para coroas unitárias sobre implante, onlays e coroas unitárias anteriores e posteriores sobre dente (RINKE et al., 2015; ELSAKA e ELNAGHY 2016; RIQUIERI et al., 2018).

Apesar das muitas características agradáveis das cerâmicas odontológicas, a fratura é uma das mais frequentes causas de perda das restaurações (ALTAOLAS e ERGUN 2018), podendo ser ela influenciada pela etapa de tratamento de superfície da região interna das restaurações cerâmicas. Sabe-se que o condicionamento das cerâmicas com ácido fluorídrico 5% de 20 a 40 segundos, associado a aplicação do monômero silano, apresenta excelente capacidade adesiva quando utilizado clinicamente (SATO et al., 2016). Já a utilização do primer cerâmico que condiciona a superfície em uma única etapa, tem sido utilizada como alternativa ao tratamento convencional com o HF, visto que esse último pode degradar excessivamente a matriz vítrea cerâmica. Algumas vantagens são observadas com a utilização do primer em comparação ao HF, como menor toxicidade, (EL- DAMANHOURY E GAINANTZPOULOU, 2018) e simplificação da técnica (MURILLO GÓMEZ E DE GÓES, 2019).

Visto isso, é importante que se conheça as propriedades mecânicas dos materiais a serem indicados para cada caso, visando função e longevidade ao paciente. Na literatura há poucos trabalhos avaliando a resistência biaxial das cerâmicas, quando estas estão cimentadas à algum substrato, não sendo assim possível analisar o comportamento do material a partir de sua qualidade de adesão após cimentação. O objetivo do presente trabalho será avaliar a influência do tipo de tratamento de superfície na flexão biaxial, na rugosidade e na microestrutura de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia cimentada em uma resina epóxi análoga a dentina após diferentes tipos de condicionamento, sendo eles: aplicação de HF 5% por 20s, HF 5% por 60s e aplicação de primer cerâmico. A hipótese nula seria de que o tratamento de superfície de escolha não interferiria nos resultados dos testes realizados

METODOLOGIA

Preparação das amostras

Blocos de dissilicato de lítio reforçado com zircônia (Celtra Duo, Dentsply, Sirona, Hanau, Wolfgang, Alemanha) foram adaptados com um dispositivo extra em sua extremidade livre visando melhor manuseio do mesmo para o arredondamento e obtenção de cilindros com 12 mm de diâmetro. Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) com um disco de corte diamantado (Extex High Concentration; Extex, Enfield – CT, EUA) a uma velocidade de 375 rpm e refrigeração à água, esses cilindros foram fatiados para obtenção de 54 discos (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura – ISSO 6872) e depois, as amostras foram polidas com lixas de SiC de granulações 240,

400,600 e 1200. De acordo com a norma ISO/CD 32 6872 Todos os discos cerâmicos foram submetidos a um ciclo de cristalização, realizado no forno específico de acordo com as recomendações de temperatura fornecidas pelo fabricante. Após a cristalização eles tinham suas dimensões novamente mensuradas com paquímetro digital (Paquímetro Digital, Pró-Fono, Carapicuíba, SP, Brasil)

A resina epóxi (NEMA G10), foi aderida a um dispositivo metálico cilíndrico de 12mm e foi fatiada da mesma maneira para obtenção de 54. Posteriormente os discos foram polidos com lixas de carvão de silício de granulação 240, 400, 600 e 12000 em uma Lixadeira (Politriz Lixadeira PL02 – Metalprisma) e obtiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 2,3 mm de espessura. As amostras com finalidade de testes microestruturais também foram polidas e submetidas a refrigeração por um tempo variável, com objetivo de conferir brilho superficial e remover riscos aparentes.

Delineamento dos grupos

Foram geradas 54 amostras, foram realizados 3 tratamentos de superfície (n=15): condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos seguido da aplicação do silano (HF20), condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 60 segundos seguido da aplicação do silano (HF20), e aplicação de um primer cerâmico (P).

Posteriormente, 3 amostras foram englobadas em cada grupo com objetivo de análises perfilométricas, não sendo, por isso, submetidas à ciclagem mecânica.

Cimentação

Utilizamos o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE) seguindo as indicações do fabricante, onde foi colocado no meio da superfície da amostra e coberto com uma tira transparente. Foi aplicado uma carga de 750g afim de espalhar todo o cimento e em seguida fotoativado por 60s sobre a superfície contrária do material e mais 60s em cada lado da amostra, com auxílio do aparelho fotopolimerizador LED polywave VALO com intensidade de 1400mW/cm². Após cimentadas, as amostras foram deixadas em água destilada em uma estufa à 37°C durante 24h.

Testes

1.Fadiga Mecânica

As amostras foram levadas ao teste de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS) por $1,2 \times 10^6$ ciclos com carga constante de 50 N e frequência de 3.8 Hz. A força foi aplicada no meio das amostras por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm, na face oposta à que recebeu os tratamentos de superfície.

2. Ensaio de resistência à flexão biaxial

As amostras foram levadas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC). Uma ponta de tungstênio de base plana exerceu uma carga crescente no meio da face contrária à tratada (área de compressão), a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kgf até o momento da fratura catastrófica

3. Perfilometria óptica

As três amostras que receberam tratamento de superfície foram usadas nesse teste. O Perfilômetro óptico digital (Wyko) foi conectado a um computador com software de imagem (Vision 32) para a obtenção de micrografias de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e medição da rugosidade superficial. O *software* usado para obtenção das imagens fornece dados de média aritmética (Ra), baseando-se em picos e vales presentes na área analisada.

Análises estatísticas

Todos os dados obtidos nesse trabalho foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, atendendo ao teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey com objetivo de comparar os valores estatísticos entre os grupos.

Foi realizada análise de Weibull para verificar a confiabilidade do teste de resistência à flexão e a uniformidade estrutural do material, com intervalo de confiança de 5%.

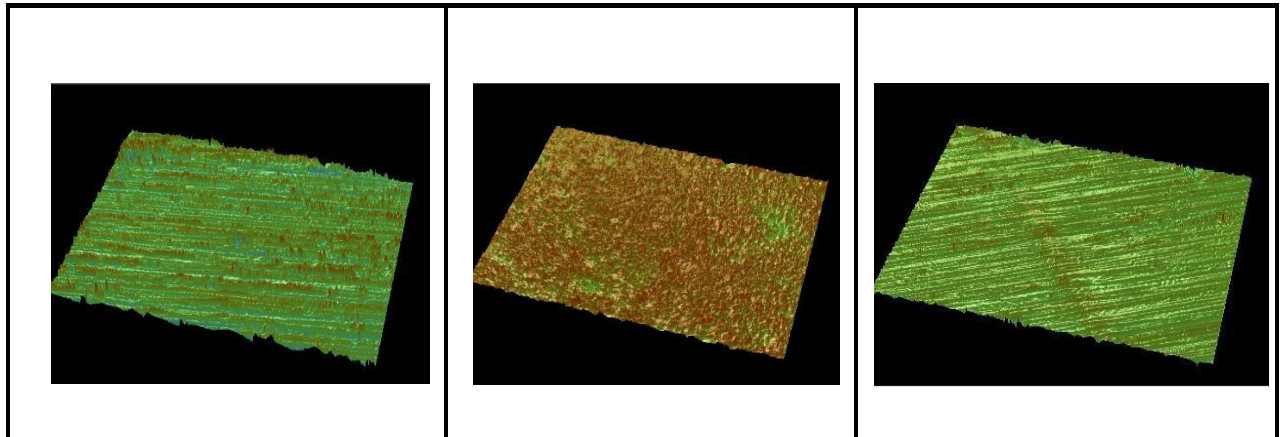
RESULTADOS

Perfilometria:

Nas imagens da perfilometria as áreas em vermelho indicam picos, as áreas em azul representam vales e as regiões em verde representam zonas neutras e observou-se padrões diferentes topografia superficial. Com relação ao tempo de condicionamento, o grupo HF60 teve um aumento no número de picos e vales da cerâmica, já nos grupos HF20 e P vemos uma topografia de superfície mais homogênea.

Quadro 1- imagens perfilometria

TIPO DE TRATAMENTO		
Ácido 20S + silano	Ácido 60S + silano	Primer Cerâmico



Fonte: elaborado pelos autores (2023).

Rugosidade

Os resultados encontrados mostram que o tipo de tratamento de superfície apresentou influência na rugosidade de superfície da cerâmica, havendo diferenças estatísticas significantes de valores médios de rugosidade ($p < 0.01$). Verificou-se que apesar dos valores de rugosidade dos grupos HF60 HF20 serem similares, o grupo P obteve significativa menor rugosidade que eles (Tabela 1);

Tabela 1- Média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial (MPa), modulo de Weibull (m), resistência característica (σ_c) e respectivos intervalos de confiança (IC) 95%. Média e desvio padrão da rugosidade (μm)

Grupos		Resistência Flexão biaxial (MPa)	Weibull (m)	95% CI for m	Weibull Characteristic strength	95% CI for σ_c (MPa)	Rugosidade (μm)
P	15	1274 $\pm$ 67,25 A	6,9	5,6-8,2	1304,57	1408,65 – 1200,49	0,26 $\pm$ 0,11 C
HF20	15	1338 $\pm$ 78,01 A	7,0	6,1-7,9	1390,39	1697,38 – 1050,39	0,46 $\pm$ 0,02 AB
HF60	15	1286 $\pm$ 234,40 B	6,6	6,0-7,2	1373,89	1513,52 – 1267,27	0,66 $\pm$ 0,02 B
		P< 0,001					P<0.01

Ensaio de resistência a flexão

Houve diferença de resistência a flexão devido aos diferentes tipos de tratamento ($p < 0,001$) (Tabela 1). Os grupos HF20 e P obtiveram valores de resistência a flexão estatisticamente similares entre si e superiores aos do grupo HF60. Os resultados da análise de Weibull para cada tipo de cerâmica, indicou que os maiores valores de confiabilidade são encontrados no grupo HF20. Já os menores valores de confiabilidade foram obtidos no grupo HF60. A confiabilidade do teste de resistência à flexão biaxial está relacionada a homogeneidade estrutural do material.

O estudo do desempenho mecânico dos materiais dentários é o que dá suporte para suas indicações no tratamento clínico, no caso das cerâmicas particularmente a resistência à flexão (Lima et al., 2021). Alterações na morfologia da superfície da cerâmica podem promover uma melhor resistência de união (Sundfeld Neto et al., 2015).

Cerâmicas de dissilicato de lítio reforçadas com zircônica são sensíveis ao ácido fluorídrico e de acordo com o fabricante é indicado como padrão ouro o tratamento de superfície com ácido fluorídrico a 5% por 30 segundos + silanização. (Dentsply, Sirona, Hanau, Wolfgang, Alemanha). Recentemente foi lançado um primer cerâmico, de nome comercial Monobond Etch & Prime, com objetivo de substituir o condicionamento ácido fluorídrico + silano (IvoclarVivadent; Schaan, Liechtenstein).

Dessa forma, o objetivo do presente estudo foi verificar qual o impacto do tratamento de superfície realizado na resistência à flexão biaxial e na rugosidade de superfície de uma cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia.

Avaliando os resultados desse trabalho, todas as hipóteses nulas foram rejeitadas.

No que se refere ao tempo de exposição da peça cerâmica, nos estudos de Luo et al. 2014, Liu et al., 2015; Ramakrishnaiah et al., 2016 e Siqueira et al., 2016., concluíram que o aumento do tempo de condicionamento ácido consequentemente aumentou a rugosidade superficial das cerâmicas. No presente estudo tivemos achados compatíveis, uma vez que o grupo HF60 teve na topografia da superfície condicionada a presença de picos e vales, que é o aumento da rugosidade e poros. Já as os grupos HF20 e P mostraram um padrão de condicionamento menos perceptível e menos rugoso. Esse resultado pode ser elucidado devido ao fato de que espaços vazios geram tensão e provocam insucesso da cimentação adesiva, comprometendo a longevidade das mesmas, ou seja, quanto maior a rugosidade maior a molhabilidade do agente cimentante.

Ao levar em consideração o comportamento do primer, os estudos de Guimarães et al., 2018; consideraram o primer cerâmico como uma alternativa satisfatória para substituir o condicionamento com ácido fluorídrico, pois diminui a rugosidade de superfície, diminui o tempo de cadeira, e evita possíveis efeitos colaterais, os mesmo achados foram encontrados nesse estudo, a rugosidade de superfície dos grupos tratados com primer autocondicionante foi menor do que nos grupos que receberam tratamento com HF. Sabe-se que uma superfície adequadamente porosa é fundamental para o embricamento mecânico, e que isso pode ser obtido em menores tempos de condicionamento, ou aplicando o primer cerâmico reduzindo os danos internos ao material, pois não promoveram destruições excessivas da matriz vítrea, como observado no grupo HF20 e P. (COLOMBO et al., 2019; MOKHTARPOUR et al., 2017. Sendo assim, podemos concluir que interface com muita rugosidade há dificuldade de penetração do cimento resinoso na superfície cerâmica, evidenciando falhas na interação, ou seja, o tempo de condicionamento da peça cerâmica interfere na cimentação.

Quanto maior for o valor do módulo de Weibull (m), mais confiável e previsível é

o material, ou seja, ele irá falhar em uma carga próxima ao valor mensurado no teste (Abernethy, R. B., 2008). Neste estudo, após análise da tabela 3, vemos que a análise de Weibull apresentou os maiores resultados para os grupos HF20 e P. O tratamento de superfície com ácido hidrófluorídrico por 20 segundos ou primer cerâmico causou danos menos agressivos, resultando em um valor maior de resistência à flexão em comparação com o grupo HF60.

Ainda há uma falta de consenso entre os autores no que se refere aos protocolos de tempo de exposição do ácido. Nos estudos de Zogheib et al, 2011, de Lyann et al., 2018; Murillo Gómez et al., 2019; e Tribst et al., 2019, o aumento no tempo de exposição ao ácido durante o tratamento de superfície das cerâmicas acarretou numa grande quebra dos componentes e maior evidencia dos poros e sulcos cerâmicos, o que modificou a adesão e diminuiu resistência das cerâmicas, os mesmos achados foram obtidos nesse estudo, pois a força de resistência à flexão da cerâmica diminuiu com o aumento do tempo de condicionamento. Esses resultados encontrados podem ser explicados devido ao fato de que, como a adesão é modificada pelo aumento de exposição do ácido, o imbricamento químico-mecânico do adesivo/silano fica comprometido, consequentemente, comprometendo o desempenho do mesmo ao ser submetido a forças de flexão.

Ficou comprovado nesse estudo que os tratamentos de superfícies influenciam diretamente na resistência da cerâmica de dissilicato de lítio reforçada com zircônia. Porém o uso de amostras cerâmicas simplificadas sem a geometria exata dos dentes, a aplicação de cargas axiais e o uso de um material análogo de dentina como substituto para um substrato dentário foram considerados limitações do estudo atual. São necessários novos estudos para determinar o melhor protocolo adesivo para cimentação de cerâmicas de dissilicato de lítio reforçadas com zircônia, porém esse estudo concorda com outras pesquisas e fabricantes que o protocolo de adesão com ácido fluorídrico por 20 segundos + silano seja o mais eficaz.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Concluimos que os testes realizados tiveram seus resultados afetados de acordo com o tratamento de superfície. Com um maior tempo de condicionamento a resistência à flexão diminuiu. O primer apresentou bons resultados, pois promoveu uma superfície menos rugosa.

REFERÊNCIAS

ATAOLAS, Ayse Seda; ERGUN, Gulfem. Efeitos dos tratamentos de superfície na resistência de união do reparo de uma nova vitrocerâmica CAD/CAM ZLS e dois tipos diferentes de cerâmica CAD/CAM. *Journal of oral science*, v. 60, n. 2, pág. 201-211, 2018.

COLOMBO, Lucas do; MURILLO-GÓMEZ, Fabian; DE GOES, Mario Fernando. Bond Strength of CAD/CAM Restorative Materials Treated with Different Surface Etching Protocols. *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 21, n. 4, 2019.

DA CUNHA, Leonardo Fernandes et al. Fabricação de facetas cerâmicas de silicato de lítio com abordagem CAD/CAM: relato clínico de displasia cleidocraniana. O Jornal de odontologia protética, v. 113, n. 5, pág. 355-359, 2015.

DA SILVA, Lucas Hian et al. Cerâmica dentária: uma revisão de novos materiais e métodos de processamento. Brazilian Journal of Implantology and Health Sciences, v. 2, n. 8, p. 50-72, 2020.

ELSAKA, Shaymaa E.; ELNAGHY, Amr M. Propriedades mecânicas de vitrocerâmicas de silicato de lítio reforçadas com zircônia. Materiais dentários, v. 32, n. 7, pág. 908-914, 2016.

GUIMARÃES, Heloísa AB et al. Tratamentos de superfície simplificados para cimentação cerâmica: uso de adesivo universal e primer cerâmico autocondicionante. International Journal of Biomaterials, v. 2018, 2018.

LIMA, Camila Moreira e cols. Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão biaxial, características de Weibull, rugosidade e topografia de superfície de cerâmicas à base de sílica CAD/CAM ligadas. Materiais Dentários, v. 37, n. 3, pág. e151-e161, 2021. See More.

LIU, Dan e cols. Influência de diferentes protocolos de condicionamento ácido na confiabilidade da união de resina à porcelana feldspática CAD/CAM. International Journal of Adhesion and Adhesives, v. 62, p. 18-24, 2015.

LYANN, Sai Kham e cols. Efeito de Diferentes Tratamentos de Superfície na Resistência à Tração de Vitrocerâmicas de Dissilicato de Lítio. Journal of Adhesive Dentistry, v. 20, n. 3 de 2018.

KHTARPOUR, Faraneh; ALAGHEHMAND, Homayoon; KHAFRI, Soraya. Effect of hydrofluoric acid surface treatments on micro-shear bond strength of CAD/CAM ceramics. Electronic physician, v. 9, n. 10, p. 5487, 2017.

.

MURILLO-GÓMEZ, Fabián; PALMA-DIBB, Regina Guenka; DE GOES, Mário Fernando. Efeito do ataque ácido na microestrutura tridimensional de materiais CAD/CAM graváveis. Materiais Dentários, v. 34, n. 6, pág. 944-955, 2018.

Organização Internacional de normatização. Cerâmica dental; emenda. ISO 6872. Genebra: ISO; 2008.

RAMAKRISHNAIAH, Ravikumar et al. O efeito da duração do condicionamento com ácido fluorídrico na micromorfologia da superfície, rugosidade e molhabilidade de cerâmicas odontológicas. Jornal internacional de ciências moleculares, v. 17, n. 6, pág. 822, 2016.

RINKE, Sven et al. Fabrication of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic restorations using a complete digital workflow. Case reports in dentistry, v. 2015, 2015.

RIQUIERI, Hilton e cols. Impacto do processo de queima de cristalização na microestrutura e resistência à flexão de vitrocerâmicas de silicato de lítio reforçadas com zircônia. Materiais Dentários, v. 34, n. 10, pág. 1483-1491, 2018.

SATO, Tabata P. et al. Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. Operative dentistry, v. 41, n. 3, p. 284-292, 2016.

SIQUEIRA, Fabiana SF et al. New Single-bottle Ceramic Primer: 6-month Case Report and Laboratory Performance. The journal of contemporary dental practice, v. 17, n. 12, p. 1033-1039, 2016.

SUNDFELD NETO, D. et al. O efeito da concentração de ácido fluorídrico na resistência de união e morfologia da superfície e interface da vitrocerâmica a um cimento resinoso. Odontologia operatória, v. 40, n. 5, pág. 470-479, 2015.

TRIBST, Joao Paulo et al. Fatigue Failure Load of Resin-bonded Simplified Lithium Disilicate Glass-Ceramic Restorations: Effect of Ceramic Conditioning Methods. Journal of Adhesive Dentistry, v. 21, n. 4, 2019.