UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

JULIA ROCHA MORAES

RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO E CIMENTOS RESINOSOS: EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA, DO SISTEMA DE CIMENTAÇÃO E DA APLICAÇÃO DE ADESIVO.

VITÓRIA
2010

JULIA ROCHA MORAES

RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO E CIMENTOS RESINOSOS: EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA, DO SISTEMA DE CIMENTAÇÃO E DA APLICAÇÃO DE ADESIVO.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Clínica Odontológica, área de concentração - Prótese.

Orientador: Prof. Dr. Anuar Antônio Xible

VITÓRIA
2010

FICHA CATALOGRÁFICA

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)
(Biblioteca Central da Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)

Moraes, Julia Rocha, 1982-
(XXXX) Resistência de união entre cerâmica à base de dissilicato e cimentos resinosos: efeito do tratamento de superfície da cerâmica, do sistema de cimentação e da aplicação de adesivo. / Julia Rocha Moraes. – 2010.
94f. : il.

Orientador: Anuar Antônio Xible

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências da Saúde.

1. Cerâmica odontológica. 2. Cimentos dentários. I. Xible, Anuar Antônio II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro de Ciências da Saúde. IV. Título.

(XXXXXXX)

JULIA ROCHA MORAES

RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO E CIMENTOS RESINOSOS: EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA, DO SISTEMA DE CIMENTAÇÃO E DA APLICAÇÃO DE ADESIVO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Clínica Odontológica, área de concentração - Prótese.

Aprovada em 28 de outubro de 2010.

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Anuar Antônio Xible
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Prof.ª Dr.ª Jackeline Coutinho Guimarães
Universidade Federal do Espírito Santo

Prof.ª Dr.ª Linda Wang
Universidade de São Paulo - Bauru

Dedico,

A meus pais, Marcos Ribeiro de Moraes e Vera Lúcia Rocha, por terem sempre me incentivado e ajudado em tudo.

Ao meu companheiro de longa data, Romulo de Almeida Kautezky Larder, que soube compreender os inúmeros momentos de ausência necessários para essa conquista.

Agradeço,

Primeiramente a Deus, fonte de sabedoria, perseverança, saúde e oportunidades.

Ao Prof. Dr. Anuar Antônio Xible, meu orientador, pelo apoio prestado em diversos momentos, pelos ensinamentos esclarecedores e pela amizade.

Ao Prof. Dr. Carlos Nelson Elias, por permitir a utilização da máquina de ensaios universal do IME/RJ, e por ter ajudado durante a adequação metodológica do ensaio mecânico.

Ao Dr. Leonardo, técnico do laboratório de ensaios mecânicos do IME, por realizar comigo o teste de resistência de união.

Ao Departamento de Física da UFES, pela utilização microscópio eletrônico de varredura.

Ao Dr. Miguel Angelo Schettino Júnior, do Departamento de Física da UFES, por me ensinar a utilizar o microscópio eletrônico de varredura.

Ao Prof. Dr. Fernando Avancini, da engenharia mecânica da UFES, por proporcionar e acompanhar pacientemente o estudo piloto.

À Profª. Drª. Letícia Nogueira da Gama Souza, do laboratório de histoquímica da UFES, por me ajudar a utilizar o microscópio óptico.

Ao laboratório Romanini, pela confecção das amostras de cerâmica.

À colega de profissão Sabrina Machado, pela enorme ajuda durante a confecção dos corpos de prova.

Aos colegas do mestrado, Bruno Daleprane, Carolini C. Azevedo, Cíntia D. Margon, Gabriel P. S. Barbosa, Letícia M. Peixoto, Lília M. A. C. de Freitas, Nilton Dessaune Neto, Priscilla P. Coppo, Tereza J. da S. Almeida, Roberto S. Barbosa e Rochana G. Rosa, pela convivência e amizade.

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da UFES, pela participação e dedicação.

À Prof.ª Dr.ª Juliana Malacarne Zanon, pela atenção durante o processo de qualificação.

Aos grandes amigos, por entenderem minhas ausências e momentos de cansaço.

“A vida só pode ser compreendida olhando-se para trás;
mas só pode ser vivida olhando-se para frente."

Soren Kierkegaard

RESUMO

Este estudo *in vitro* avaliou a resistência de união ao micro-cisalhamento entre três sistemas de cimentação e uma cerâmica à base de dissilicato de lítio após diferentes tratamentos de superfície e também o efeito da aplicação de adesivo antes de um cimento resinoso auto-adesivo. Cinqüenta e quatro discos cerâmicos (IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent) foram divididos em grupos de acordo com o tratamento de superfície recebido: nenhum tratamento (NT); jato de óxido de alumínio 50 µm (J); ácido fluorídrico a 10% por 20s (HF); J + HF (JHF); HF + ácido fosfórico a 37% por 40s (HFP) e J + HFP (JHFP). Um sistema de cimentação convencional, Excite DSC/ Variolink II – Ivoclar Vivadent (EX/V2) e dois sistemas auto-adesivos, Single Bond 2/RelyX U100 – 3M ESPE (SB2/UC) e RelyX U100 sem adesivo (UC), foram testados para cada tipo de tratamento de superfície. Após aplicação de silano e adesivo nas amostras, tubos Tygon de 0,8 mm de diâmetro e 2 mm de altura foram preenchidos com os cimentos e pressionados sobre a superfície cerâmica para a fabricação dos espécimes (n=10), que foram estocados em água destilada à 37ºC durante 24 h e submetidos à força de cisalhamento com velocidade de 1 mm/min até a fratura. As superfícies fraturadas foram observadas ao microscópio eletrônico de varredura para classificação dos tipos de fratura. Os testes estatísticos de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney identificaram diferenças significativas entre os tipos de tratamento de superfície para os sistemas de cimentação testados ($p<0,05$). Para os sistemas EX/V2 e UC, a resistência de união do tratamento NT foi menor que J, que foi igual a JHF, que foi menor que HF, que foi menor que HFP, que foi igual a JHFP. Para o sistema SB2/UC a resistência do tratamento NT foi menor que HF, que foi igual a JHF, que foi menor que J, que foi menor que HFP, que foi igual a JHFP. A resistência de união dos sistemas auto-adesivos foi menor que a do EX/V2 somente com o tratamento HF. A resistência de união de SB2/UC foi maior que a de UC apenas para o tratamento J . Para os outros tratamentos, os valores de UC e SB2/ UC não diferiram. A fratura do tipo adesiva foi predominante para o tratamento NT e a fratura mista foi mais freqüente para os outros tipos de tratamento do que para o tratamento NT. Foi possível concluir que: (1) O tratamento de superfície da cerâmica à base de dissilicato de lítio com ácido fluorídrico seguido de ácido fosfórico foi mais efetivo em aumentar a resistência de união aos dois cimentos; (2) diferença de resistência de união entre os cimentos só pode ser observada para o tratamento

somente com ácido fluorídrico, tendo o cimento resinoso convencional resistência maior que a do auto-adesivo; (3) a aplicação de adesivo antes do cimento resinoso auto-adesivo não aumentou a resistência de união, exceto quando o tratamento foi o jato de óxido de alumínio.

Descritores: Cerâmica. Cimentação. Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

The aim of this *in vitro* study was to evaluate the micro shear bond strength of three bonding systems to a lithia dissilicate-based ceramic after performing different surface treatment techniques and to evaluate the effect of adhesive application prior to a self-adhesive resin cement. Fifty four ceramic disks (IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent) were divided in groups according to the surface treatments: no treatment (NT); 50µm alumina sandblasting (AL); 10% hydrofluoric acid etching for 20s (HF); AL + HF (ALHF); HF + 37% phosphoric acid cleaning for 40s (HFP) and AL + HFP (ALHFP). One conventional bonding system, Excite DSCVariolink II- Ivoclar Vivadent (EX/V2) and two self-adhesive bonding system , Single bond 2/ RelyX U100 – 3M ESPE (SB2/UC) and RelyX U100 without adhesive (UC) were tested for each surface treatment. After silanization and adhesive application, Tygon tubes of 0.8 mm diameter and 2mm height were filled with cement and pressed against the ceramic surface to fabricate the specimens (n=10), that were stored in 37º C distilled water for 24h and then subjected to shear tension at a crosshead speed of 1 mm/min until fracture. Scanning electron microscopy observation of fractured surfaces was performed to determinate the type of fracture. Kruskal-Wallis and Mann-Whitney tests showed statistically different bond strengths values between the treatments for both bonding systems ($p< 0.05$). For systems EX/V2 and UC, the values of the treatment NT was lower than AL, which was equal to ALHF, which was lower than HF, which was lower than HFP, which was equal to ALHFP. For system SB2/UC, the values of the treatment NT was lower than HF, which was equal to ALHF, which was lower than AL, which was lower than HFP, which was equal to ALHFP. Bond strength value of SB2/UC was lower than EX/V2 only with HF treatment, and EX/V2 was equal to SB2/UC for all other treatments. The bonding system SB2/UC had higher bond strength values than UC only for AL treatment. For all other treatments, the values of UC and SB2/UC did not differ. The adhesive type of fracture was predominant for NT treatment and the mix type of fracture occur more frequently on the other treatments than on NT. It was concluded that: (1) lithia dissilicate-based ceramic surface treatment with hydrofluoric acid etching followed by phosphoric acid cleaning was most effective to increase bond strength to the two resin cements tested; (2) bond strength difference between cements could only be seen with fluoric acid treatment

alone, with the conventional resin cement having higher bond strength than self-adhesive resin cement; (3) Adhesive application before self-adhesive resin cement did not improve bond strength for all treatments tested, except for sandblasting.

Keywords: Ceramics. Cementation. Shear strength.

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SIMBOLOS

μm	micrometro
°C	graus Celsius
bar	unidade de pressão
Bis -GMA	Bisfenol A- Glicidil Metacrilato
cm^2	centímetro quadrado
E1	IPS Empress – Ivoclar Vivadent
E2	IPS Empress 2 – Ivoclar Vivadent
EDX	espectrometria de energia dispersiva de raio- X.
EX	Excite DSC – Ivoclar Vivadent
EX/V2	Sistema de cimentação com adesivo Excite DSC e cimento resinoso convencional Variolink II
G	grupo
h	hora
H_3PO_4	ácido fosfórico
HF	ácido fluorídrico ou tratamento de superfície com ácido fluorídrico
HFP	Tratamento de superfície com ácido fluorídrico seguido por limpeza com ácido fosfórico
HEMA	Metacrilato de 2-hidroxietila
J	Tratamento de superfície com jato de óxido de alumínio
JHF	Tratamento de superfície com jato de óxido de alumínio seguido por ácido fluorídrico
JHFP	Tratamento de superfície com jato de óxido de alumínio seguido por ácido fluorídrico e limpeza com ácido fosfórico.
Kgf	kilograma-força
kV	kilovolts
MEV	microscópio eletrônico de varredura
MFA	microscópio de força atômica
min	minuto
mm	milímetro
mm^2	milímetro quadrado
MPa	mega Pascal

mW/cm^2	megaWatts por centímetro quadrado
N	Newton
n	número de espécimes
NT	nenhum tratamento ou tratamento de superfície controle
P	ácido fosfórico
PL	polido
psi	unidade de pressão
S	silano
s	segundo
SB2	Single Bond 2 – 3M ESPE
SB2/UC	Sistema de cimentação com adesivo Single Bond 2 e cimento resinoso auto-adesivo RelyX U100
SiO_2	sílica
UC	RelyX U100 – 3M ESPE
UN	RelyX Unicem – 3M ESPE
V2	Variolink II – Ivoclar Vivadent

LISTA DE FIGURAS

Figura 1– Seqüência de obtenção da amostra cerâmica. 50
Figura 2 – Desenho esquemático da sequência de confecção dos cilindros de cimento resinoso. 53
Figura 3 – Análise de falhas ao microscópio óptico 53
Figura 4 – Corpo de prova conectado à máquina de testes com fio metálico laçando um espécime 54
Figura 5 – Metalizadora Ion Coater IC-50 55
Figura 6 – Corpo de prova metalizado para análise do tipo de fratura. 55
Figura 7 – Microscópio Eletrônico de Varredura SSX 550 – Superscan..... 56
Figura 8 – Desenho esquemático dos tipos de fratura 57
Figura 9 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento NT. Aumento de 500x. 64
Figura 10 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento NT. Aumento de 2000x 64
Figura 11 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento J. Aumento de 500x..... 65
Figura 12 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento J. Aumento de 2000x... 65
Figura 13 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HF. Aumento de 500x .. 66
Figura 14 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HF. Aumento de 2000x 66
Figura 15 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHF. Aumento de 500x 67
Figura 16 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHF. Aumento de 2000x 67
Figura 17 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HFP. Aumento de 500x 68
Figura 18 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HFP. Aumento de 2000x. 68
Figura 19 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHFP. Aumento de 500x 69
Figura 20 – Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHFP. Aumento de 2000x 69
Figura 21 – Fratura adesiva, tipo A. 71

Figura 22 – Fratura coesiva do adesivo, tipo B. 72
Figura 23 – Fratura mista com coesiva do cimento, tipo E..... 72
Figura 24 – Fratura mista com coesiva da cerâmica, tipo F 73
Figura 25 – Fratura mista com coesiva de cimento e cerâmica, tipo G 73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Distribuição dos grupos de acordo com tipo de tratamento de superfície da cerâmica, tipo de adesivo (ou ausência de adesivo) e sistema de cimentação resinoso utilizado.....52

Tabela 2 – Valores da estatística descritiva para as medidas de resistência (MPa) segundo os grupos. 58

Tabela 3 – Comparação dos valores de resistência (MPa) obtidos com diferentes tratamentos de superfície de acordo com os sistemas de cimentação testados.....60

Tabela 4 – Comparação entre o sistema de cimentação resinoso convencional (EX/V2) e o auto-adesivo (SB2/UC) de acordo com os tratamentos de superfície utilizados 62

Tabela 5 – Comparação entre o sistema de cimentação resinoso convencional (EX/V2) e o auto-adesivo (UC) de acordo com os tratamentos de superfície utilizados.. 62

Tabela 6 – Comparação dos valores de resistência (MPa) obtidos com o cimento auto-adesivo (UC) com ou sem a aplicação de adesivo, de acordo com os tratamentos de superfície testados.....63

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 18
2 REVISÃO DE LITERATURA 21
2.1 MICRO-ESTRUTURA E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA 21
2.2 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO 25
2.3 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE X RESISTÊNCIA DE UNIÃO 29
2.4 SISTEMAS DE CIMENTAÇÃO E RESISTÊNCIA DE UNIÃO 38
2.5 ESTUDOS CLÍNICOS 43
3 PROPOSIÇÃO 47
4 MATERIAIS E MÉTODO 48
4.1 MATERIAIS 48
4.2 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA 50
4.3 ENSAIO MECÂNICO DE MICRO-CISALHAMENTO 54
4.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA 55
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA 57
5 RESULTADOS 58
5.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO 58
5.2 CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE 63
5.3 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA 70
6 DISCUSSÃO 74
6.1 METODOLOGIA DO ESTUDO 74
6.2 EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA 76
6.3 EFEITO DO SISTEMA DE CIMENTAÇÃO 79
6.4 EFEITO DA APLICAÇÃO DE ADESIVO 80
6.5 CONSIDERAÇÕES FINAIS 81
7 CONCLUSÕES 82
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 83
ANEXOS 89

1 INTRODUÇÃO

As restaurações de cerâmica pura aliadas aos cimentos resinosos vieram suprir a necessidade estética, que inicialmente era um requisito mais relacionado à região anterior das arcadas (KIMPARA; VILELLA; ARAÚJO, 2002). A crescente demanda estética impulsionou o desenvolvimento de diversos sistemas cerâmicos que pudessem suportar a concentração dos esforços funcionais mastigatórios, sem a utilização de uma subestrutura metálica, também na região posterior das arcadas (EDUARDO; BARROS, 2004).

A cerâmica vítrea prensada do sistema IPS Empress (reforçada por leucita) foi indicada para próteses fixas unitárias, *onlay/inlays* e facetas, porém não apresentava resistência à flexão suficiente para ser utilizada em restaurações parciais fixas. Foi então desenvolvido o sistema IPS Empress 2, com mesmo método de fabricação do sistema anterior, mas com composição química diferente, permitindo sua indicação também para próteses parciais fixas de 3 elementos estendendo-se até segundo pré-molar (HÖLAND et al., 2000).

A maior resistência à flexão da cerâmica Empress 2 em relação à Empress pode ser explicada devido ao maior conteúdo cristalino (mais de 60% do volume), ao denso entrelaçamento multidirecional dos critais alongados (em forma de bastão) e ao aumento do tamanho dos cristais de dissilicato de lítio após os procedimentos de aquecimento e prensagem (OH et al, 2000; HOOSHMAND; PARVIZI; KESHVAD, 2008). A cerâmica Empress 2, mesmo com o aumento da resistência à flexão, deve idealmente receber cimentação adesiva para reduzir a possibilidade de fraturas da peça protética (BLATZ; SADAN; KERN, 2003). Correspondendo a esta demanda, o potencial de adesão à cerâmica Empress 2 também parece ser maior que o da cerâmica Empress devido a sua composição química diferenciada (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY Jr., 2003, 2006).

Dois pontos importantes podem ser ressaltados sobre a cerâmica à base de dissilicato de lítio: (1) possibilidade de união micro-mecânica aos cimentos resinosos, já que sua microestrutura, por apresentar matriz vítrea, é ácido-sensível e passível de abrasão por jato de óxido de alumínio (2) possibilidade de união

química, já que, pelo mesmo motivo citado anteriormente, sua superfície é sujeita à silanização (MAIR; PADIPATVUTHIKUL, 2010).

Existem diversos sistemas resinosos para a cimentação das restaurações de cerâmica pura ao substrato dental. Os protocolos de cimentação adesiva convencionais exigem várias etapas ou passos clínicos, aumentando as chances de incorporação de erros durante a cimentação e o tempo gasto no procedimento (TASCHNER et al., 2009).

Mais recentemente foram desenvolvidos os cimentos resinosos denominados auto-adesivos, que não requerem tratamento de superfície do substrato dental, além da limpeza, reduzindo a cimentação a um único passo clínico. Várias etapas são suprimidas em relação aos cimentos resinosos convencionais: condicionamento ácido, lavagem e secagem, aplicação do primer e aplicação do adesivo, dando maior agilidade e menor chance de incorporação de erros ao processo de cimentação. O primeiro cimento resinoso auto-adesivo disponível no mercado, em 2002, foi o RelyX Unicem. Este cimento tem sua apresentação na forma de cápsulas e atualmente também na forma de bisnaga *clicker*, este último denominado RelyX U100.

A vantagem do cimento auto-adesivo está em unir as propriedades de um cimento resinoso (adesão, resistência à compressão e baixa solubilidade) à simplicidade de utilização de um cimento convencional não resinoso como, por exemplo, o ionômero de vidro. Como o condicionamento ácido de dentina e esmalte não é necessário, este cimento foi também denominado auto-condicionante e apresenta, por esse motivo, a vantagem de menor potencial de agressão ao complexo dentina-polpa (COSTA; HEBLING; RANDAL, 2006).

As propriedades auto-condicionante e auto-adesiva destes cimentos estão relacionadas à sua ação no substrato dental. A restauração de cerâmica vítrea, ao contrário, continua necessitando de um tratamento prévio de sua superfície interna, que consiste basicamente em abrasão por jato de óxido de alumínio, condicionamento com um ácido forte e aplicação de silano, antes da inserção do sistema de cimentação (KIYAN et al., 2007; BLATZ; SADAN; KERN, 2003). Assim, apesar da vantagem de redução dos passos clínicos quando um cimento auto-adesivo é utilizado, se o tratamento prévio da peça protética for negligenciado, isso comprometerá o procedimento de cimentação por completo. Além disso, uma

interface cimento-cerâmica defeituosa reduz drasticamente a resistência da cerâmica à fratura (CLELLAND et al., 2007), que é o principal motivo relacionado ao insucesso das restaurações de cerâmica pura (CONRAD; SEONG; PESUN, 2007; VALENTI; VALENTI, 2009; WOLFART et al., 2009; PEUMANS et al., 2010).

Entretanto, ainda há controvérsia a respeito do protocolo ideal de tratamento prévio da face interna das restaurações de cerâmicas vítreas para que se obtenha a melhor adesão aos sistemas de cimentação resinosos (AYAD; FAHMY; ROSENSTIEL , 2008), principalmente quando é utilizado um cimento auto-adesivo (KUMBULOGLU et al., 2005; PISANI-PROENCA et al, 2006, ZHANG; DEGRANGE, 2010). Além disso, a necessidade de se aplicar uma camada de adesivo sobre a superfície cerâmica para aumentar a resistência de união a um cimento resinoso ainda é foco de questionamentos (STANGEL; NATHANSON; HSU, 1987; EL ZOHAIRY, 2004; REICH et al., 2005; AIDA et al., 2008; MENG et al., 2008; PASSOS et al., 2008) . Embora os resultados obtidos nos estudos *in vitro* não possam ser extrapolados diretamente para as condições clínicas, eles são uma ferramenta para predizer o comportamento de diferentes materiais e metodologias (VAN MEERBEEK et al, 2010).

Diante disso, a realização do presente estudo *in vitro*, justifica-se pela importância de se avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície da cerâmica à base de dissilicato de lítio e de diferentes sistemas de cimentação sobre a resistência da interface de adesão.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 MICRO-ESTRUTURA E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA

Kern e Thompson (1994) avaliaram o efeito da abrasão com jato de óxido de alumínio (Rocatec System) sobre a perda de volume de uma cerâmica rica em alumina e de uma cerâmica vítrea reforçada por cristais de leucita. Quando o mesmo tempo de jato foi aplicado, a perda de volume da cerâmica vítrea foi 36 vezes maior que a da cerâmica rica em alumina, e foi diretamente proporcional ao tempo de abrasão por jato. A quantidade de perda volumétrica da cerâmica rica em alumina foi similar àquela observada em ligas metálicas nobres, e foi considerada aceitável. Entretanto, a extensa perda volumétrica da cerâmica vítrea indica que o jato aplicado neste estudo possivelmente danificaria a adaptação interna da restauração. Os autores citam que apenas um segundo de jato é capaz de remover $1mm^3$ deste material cerâmico. Os autores concluíram que o jato de óxido de alumínio com partículas de 100µm sobre as cerâmicas vítreas deve ser evitado.

Jardel et al. (1999) observaram o efeito do condicionamento com HF sobre a energia de superfície de uma cerâmica à base de sílica. Metade das amostras cerâmicas foi polida e a outra metade recebeu condicionamento com HF a 10% por 5 min. Uma gota de água destilada foi dispensada sobre cada amostra, o ângulo de contato entre sólido e líquido foi medido e foi obtido o valor de trabalho de adesão (potencial de adesão). As amostras condicionadas com HF apresentaram menor ângulo de contato e maior trabalho de adesão que as amostras que foram somente polidas. Os autores concluíram que o aumento da rugosidade superficial da cerâmica condicionada com HF aumenta o seu potencial de adesão.

Oh et al. (2000) avaliaram se os procedimentos laboratoriais de prensagem por aquecimento e aquecimentos adicionais durante a queima da porcelana de recobrimento afetam a resistência à flexão da cerâmica à base de dissilicato de lítio IPS Empress 2 (E2). A micro-estrutura da cerâmica foi observada ao microcópio eletrônico de varredura (MEV) após o condicionamento com ácido sulfúrico 30% misturado a HF a 4%, por 15 s. Após prensagem a resistência à flexão foi maior que aquela antes da prensagem, porém, não houve acréscimo de resistência com as

queimas do material de recobrimento. Após a prensagem os cristais de dissilicato de lítio observados ao MEV eram mais densos e duas vezes maiores, em tamanho e espessura, que aqueles observados antes da prensagem. Segundo os autores, a boa resistência à flexão da cerâmica E2 pode ser explicada devido ao alto conteúdo cristalino (mais de 60% do volume), denso entrelaçamento multidirecional dos cristais alongados (em forma de bastão) e ao aumento de tamanho dos cristais de dissilicato de lítio após os procedimentos de aquecimento e prensagem.

Höland et al. (2000) compararam a microestrutura, as propriedades mecânicas e as propriedades ópticas da cerâmica à base de cristais de leucita IPS Empress (E1) e da cerâmica à base de cristais de dissilicato de lítio E2. Após processo de prensagem as cerâmicas foram condicionadas com HF a 2,5% por 10 s para serem observadas ao MEV. Na cerâmica E2, o condicionamento ácido resultou na dissolução da matriz vítrea em alguns micrometros de profundidade, portanto, a superfície cerâmica apresentou cristais entrelaçados protruindo da matriz vítrea. Esta topografia superficial foi bem diferente daquela observada na cerâmica E1. Ao MEV, os autores observaram que os cristais alongados de dissilicato de lítio (0,5 a 4µm de comprimento) representam a fase cristalina principal. Uma fase cristalina secundária é composta por pequenos cristais de ortofosfato de lítio (0,1 a 0,3 µm de diâmetro) que ficam embebidos na matriz vítrea. No entanto, estes cristais menores não foram observados ao MEV, pois, após o ataque ácido, foram removidos juntamente com a matriz vítrea dissolvida, restando apenas a imagem de cavidades rasas que sugerem a sua localização prévia. O conteúdo cristalino em volume de E2 (70 ± 5%) é praticamente o dobro daquele encontrado no IPS Empress (35 ± 5%). Essa diferença, segundo os autores, contribui para o aumento em quase 3 vezes da resistência à flexão (400 ± 40 MPa) e da tenacidade à fratura (3.3 ± 0,3 MPa . $m^{0,5}$) do E2 em relação ao E1. A translucidez do E2 foi comparável à do E1 e àquela presente na própria estrutura dental. Os autores sugerem que a cerâmica E2, por ter resistência mecânica melhorada, pode ser utilizada como infra-estrutura de prótese parciais fixas de 3 elementos até segundo pré-molar.

Luo et al. (2001) estudaram os efeitos do condicionamento ácido da cerâmica E2 utilizando o MEV e o microscópio de força atômica (MFA) com períodos de exposição ao HF a 9,6% de 0, 10, 20, 30, 60, 90 e 120 s. A análise ao MEV mostrou a dissolução preferencial da matriz vítrea pelo HF e a protrusão de cristais de

dissilicato de lítio para os períodos menores de condicionamento ácido. Estes cristais ficaram sem suporte e foram removidos pelo banho ultra-sônico nos espécimes que passaram por períodos mais logos em contato com o HF, pois uma grande porção de matriz vítrea foi dissolvida. Na medida em que o período de exposição aumentava, a rugosidade superficial da cerâmica também foi aumentada, porém, para os períodos de exposição mais longos, lacunas entre os cristais tornaram-se cada vez mais visíveis. A análise ao MFA gerou imagens tridimensionais e pode quantificar a deterioração causada pelo HF através da mensuração da rugosidade superficial, que aumentou progressivamente de 6,6 a 278 nanômetros, indicando uma deterioração acentuada com maiores períodos de exposição.

Borges et al. (2003) observaram, ao MEV, as mudanças morfológicas da microestrutura superficial de 6 marcas comerciais de cerâmica (E1, E2, Cergogold, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera) após o condicionamento com HF ou abrasão com jato de óxido de alumínio 50µm. Os tratamentos testados foram: (NT) nenhum tratamento após envio pelo laboratório; (HF) aplicação de HF a 10% por 20 s para E2, 60 s para E1 e Cergogold e 2 min para as demais cerâmicas; (J) jato de óxido de alumínio 50µm por 5 s com 4 bar de pressão à distância de 10mm da ponta do jato. O HF foi capaz de modificar apenas as cerâmicas vítreas (E1, E2 e Cergogold), sendo que para E2 foi possível observar a protrusão de cristais de dissilicato de lítio e irregularidades suaves. A abrasão por jato das cerâmicas vítreas aumentou o número de cavidades por área em comparação ao grupo NT, tornando as superfícies destas possivelmente mais retentivas.

Della Bona, Shen e Anusavice (2004) avaliaram o efeito do condicionamento ácido e da aplicação de silano no trabalho de adesão (potencial adesivo) do agente adesivo à cerâmica E2. Os tratamentos superficiais testados foram: (PL) polimento; (PLS) polimento e aplicação de silano; (HF) condicionamento com HF a 9,5% por 1 minuto; (HFS) condicionamento com HF a 9,5% por 1 minuto e aplicação de silano. O grupo HF teve o menor ângulo de contato entre líquido e cerâmica e o maior potencial adesivo. Segundo os autores, isso ocorreu devido ao condicionamento HF, mais agressivo, ter aumentado a área superficial de adesão e ter elevado a energia de superfície da cerâmica, melhorando, desta maneira, a penetração do líquido. Por observação no MEV, o silano aplicado sobre as superfícies condicionadas

preencheu totalmente as irregularidades superficiais da cerâmica, o que contribuiu para a redução do trabalho de adesão. Os autores concluíram que a aplicação de silano não contribui, por trabalho de adesão, para aumentar a adesão entre cerâmica e adesivo, entretanto, como o silano irá ligar-se ao adesivo (retenção química) a retenção micro-mecânica à superfície cerâmica condicionada poderá ser garantida.

Albakry, Guazzato e Swain (2004), avaliaram o efeito do jato de óxido de alumínio sobre a resistência à flexão da cerâmica E2. Os tratamentos recebidos pelos discos cerâmicos foram: (1) nenhum tratamento; (2) abrasão com lixa e disco diamantado; (3) polimento com lixa e pasta diamantada; (4) jato de óxido de alumínio 50 µm, a 3 bar de pressão, à distância de 50 mm do bico do jato, durante 20 s. Não foi encontrada diferença estatística significativa entre os grupos 1, 2 e 4. O grupo 3 apresentou resistência à flexão maior que a dos outros três grupos. Por observação ao MEV a superfície que recebeu jato mostrou-se com várias irregularidades e sulcos rasos, enquanto a superfície que recebeu abrasão com lixa e disco, mostrou-se com ranhuras em várias direções, associadas à remoção de material. Os autores concluíram que, como a resistência à flexão dos espécimes que receberam jato ou abrasão com lixas foi semelhante àquela dos espécimes sem nenhum tratamento, estes dois procedimentos não influenciam a capacidade de a cerâmica E2 em resistir à flexão. Entretanto, os mesmos sugerem que se o tempo, a pressão, o tamanho de partícula fossem aumentados ou a distância do jato fosse reduzida, a resistência à flexão da cerâmica provavelmente seria comprometida.

Hooshmand, Parvizi e Keshvad (2008) avaliaram o efeito do condicionamento ácido sobre a resistência à flexão de duas cerâmicas vítreas prensadas, E1 e E2. Vinte espécimes de cada tipo de cerâmica foram divididos em 2 grupos: tratados com HF 9% por 2 min e não tratados. Uma força biaxial foi aplicada até a fratura. A microestrutura de amostras antes e após o condicionamento ácido foi analisada ao MEV. A resistência à flexão de E2 foi maior que a de E1, segundo os autores, possivelmente devido a microestrutura dos cristais de dissilicato de lítio ser mais favorável para evitar a propagação de trincas. Os grupos tratados com ácido, tanto de cerâmica à base de leucita quanto de cerâmica à base de dissilicato de lítio, apresentaram menor resistência à flexão do que os grupos não tratados. Mesmo assumindo que quando a cerâmica é cimentada ao preparo há um aumento de sua

resistência, os autores concluíram que o condicionamento ácido das cerâmicas estudadas pode causar redução da resistência à flexão (enfraquecimento) das mesmas.

2.2 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Van Noort et al. (1991), com a intenção de padronizar os testes de resistência de união entre dentina e resina composta, compararam dois métodos de aplicação de adesivo sobre a dentina, por meio da análise de elementos finitos. Quando o adesivo foi aplicado sobre toda a superfície de dentina, a resistência de união registrada com o teste de tração foi duas vezes maior do que quando o adesivo foi aplicado restritamente à área de adesão. O excesso de adesivo ao redor da área de adesão de interesse (dentina/resina composta) foi capaz de concentrar tensões, o que pode explicar o aumento da resistência de união, pois uma maior área de adesão estava envolvida. Os autores sugerem, portanto, que o adesivo deve se restringir à área de adesão para que se consiga maior padronização dos testes de resistência, podendo gerar valores comparáveis entre os estudos publicados.

Plácido et al. (2007) compararam a distribuição de tensões no teste de cisalhamento e micro-cisalhamento por meio de análise de elementos finitos. Os modelos de análise foram configurados com base em estudos publicados que utilizaram estes testes *in vitro* pelo método de "*wire loop*". A força foi aplicada em um ponto, variando-se a distância em relação à interface dentina-adesivo (0,1; 0,2; 0,25 e 0,4 mm de distância). Tanto para o teste de cisalhamento quanto para o de micro-cisalhamento a distribuição de força foi não linear. Com a análise da decomposição de forças, a resultante de tração excedeu a resultante de cisalhamento para os dois testes, o que leva a crer que, de forma controversa, a força de tração é a maior responsável pela fratura da interface. Este fenômeno foi mais evidente no teste de micro-cisalhamento. A força máxima (nominal) que é registrada no instante da fratura da interface foi menor que as tensões suportadas por algumas regiões do modelo durante o teste, o que leva os autores a sugerirem que este valor nominal pode subestimar a capacidade de resistência de união da interface. Os autores observaram que a distância de 0,1mm (simulação do fio ortodôntico de 0,2mm de

diâmetro) foi a que obteve a melhor distribuição de forças para o micro-cisalhamento. Portanto, a aplicação da força deve ser feita o mais próxima possível da interface adesiva.

Pekkan e Hekimoglu (2009) avaliaram a resistência de união à tração e ao cisalhamento entre cerâmica e dentina utilizando 3 cimentos resinosos: Nexus 2 (Kerr) com adesivo auto-condicionante, Variolink II (Ivoclar Vivadent) e Duo- Link (Bisco), com seus respectivos sistemas adesivos. Amostras da cerâmica E2 receberam jato de óxido de alumínio 110µm e foram condicionadas com HF < 5% por 20 s. Em metade dos espécimes de cada grupo foi realizado o teste de tração e na outra metade o teste de cisalhamento. Os valores de resistência de união ao cisalhamento foram maiores que os valores à tração para todos os grupos, porém, a classificação dos cimentos de acordo com a resistência de união foi a mesma para os dois tipos de teste.

Scherrer, Cesar e Swain (2010) publicaram um estudo de revisão de literatura sobre resistência de união entre dentina e adesivo. Foram relatados quatro tipos de teste: tração, cisalhamento, micro-tração e micro-cisalhamento. Os autores relataram que os valores de resistência de união encontrados nos macro-testes foram menores que os valores encontrados nos micro-testes. Os autores atribuem estas diferenças numéricas a variações na distribuição de forças, geometria dos espécimes, método de aplicação da carga e módulo de elasticidade do compósito utilizado. O coeficiente de variação foi alto (20 a 50%) mesmo com os micro-testes, o que foi correlacionado a inclusão de espécimes fraturados pré-teste e de fraturas coesivas na análise estatística. Os autores identificaram uma falta de consenso sobre a classificação do modo de fratura entre os artigos, e concluíram que apenas o MEV é capaz de fornecer imagens interpretáveis para todos os tipos de fratura. Todos os testes apresentaram um número considerável de fraturas coesivas. Os autores recomendam: (1) descartar todos os espécimes fraturados pré-teste, assim como os espécimes que sofreram fratura coesiva em mais de 10% da área de adesão; (2) utilizar a análise estatística de Weilbull para correlacionar a resistência de união com a área de adesão e poder predizer possíveis falhas; (3) em detrimento dos testes de resistência de união incluídos nesta revisão, preferir testes de propagação de fratura na interface adesiva: tenacidade à fratura ou taxa de liberação de energia de tensão.

Marshall et al. (2010) apresentaram uma revisão sobre a ciência da adesão. Os autores relatam que a adesão inclui um substrato, um adesivo e a interface entre esses dois componentes. Três tipos de adesão foram relatados: física, química e mecânica, sendo esta última apontada como principal responsável pela resistência de união. Os autores citam que a ciência da adesão está baseada em quatro tópicos: (1) formação da adesão; (2) caracterização da interface adesiva; (3) destruição da interface adesiva – testes de resistência de união; (4) análise de fratura. Os princípios chave para que se obtenha uma boa interface adesiva são: obtenção de superfície limpa e com rugosidade apropriada, boa capacidade de molhamento do adesivo sobre a superfície – baixo ângulo de contato, penetração adequada do adesivo que deve ter baixa viscosidade e grau de polimerização adequado. Os autores citam que a identificação das fases contidas na interface adesiva deve contar com o auxílio de MEV, de espectrometria de energia dispersiva de raio-x (EDX) e de microscopia de força atômica (MFA), que fornecem mais detalhes que a microscopia óptica. Apesar de historicamente a ciência da adesão estar calcada em testes destrutivos, a interpretação das falhas é realizada por suposição. Os autores sugerem que a análise fractográfica da interface adesiva após a falha poderá gerar resultados mais confiáveis já que esta visa identificar a origem da fratura, a direção e o padrão de propagação e as fases incluídas ao longo do plano de fratura.

Armstrong et al. (2010) apresentaram uma revisão crítica sobre os micro-testes de resistência de união (micro-tração e micro-cisalhamento), que são assim denominados por utilizarem área adesiva de $1mm^2$ ou menor. Os micro-testes possibilitaram a fabricação de vários espécimes em uma mesma amostra de substrato, o que os tornou mais versáteis. A área reduzida também facilita a análise da superfície fraturada ao MEV. Além disso, para os estudos com tempo de estocagem dos espécimes imersos em água, a difusão da água também é facilitada. Foi observado que os valores de resistência de união dos micro-testes tendem a serem maiores que os valores dos macro-testes, devido a menor possibilidade de defeitos de maior amplitude estarem presentes em uma interface adesiva de dimensões reduzidas. Os autores sugerem que seria mais apropriado se referir aos testes de resistência, independente do tipo da força aplicada ou do tamanho do espécime, como simplesmente “testes de resistência de união”. Estes testes não são

capazes de quantificar as propriedades adesivas inerentes de cada material, pois dependem de uma série de fatores relacionados à metodologia dos estudos. Devido à sensibilidade dos testes a diferenças metodológicas, os valores nominais de resistência de estudos diferentes não devem ser comparados, sendo apenas a classificação entre grupos útil para comparação. A confecção dos espécimes para o teste de micro-tração é mais sensível e requer maior tempo, podendo levar a introdução de falhas a interface adesiva ou até a perda de espécimes por ser feita através de cortes dos substratos aderidos. Outra desvantagem deste teste está na possibilidade de perder espécimes fraturados, o que tornaria inviável a análise do padrão de fratura na totalidade da amostra. O teste de micro-cisalhamento foi então considerado de mais simples execução, porém, é menos utilizado que o teste de micro-tração. O alinhamento entre área adesiva e aplicação da carga foi citado como fator crítico para se obter um teste de resistência de união de qualidade. Os autores concluíram que, apesar de ainda não haver consenso em terminologia ou padronização metodológica, os testes de resistência de união são úteis como ferramenta de classificação de diferentes abordagens de adesão e investigação de variáveis experimentais.

Mair e Padipatvuthikul (2010) relataram, em um estudo de revisão, que o sucesso da adesão às cerâmicas vítreas depende do estabelecimento, por meio do silano, de uma superfície cerâmica com alta população de grupamentos vinílicos reativos que podem co-polimerizar com os grupamentos presentes no sistema de cimentação. Afirmam também que a possibilidade de se conseguir uma superfície mais retentiva por tratamento físico (jato e/ou condicionamento ácido) depende da heterogeneidade da cerâmica em questão. Desta forma, as cerâmicas de alto conteúdo cristalino ou puramente cristalinas, por terem composição mais homogênea, são menos responsivas aos tratamentos superficiais do que as cerâmicas vítreas. A estocagem em água é o método mais utilizado para o envelhecimento dos espécimes e que a termo-ciclagem parece promover alterações muito bruscas de temperatura, o que não ocorre comumente *in vivo*. Após observarem que a termo-ciclagem promove a perda espontânea de adesão em alguns estudos, os autores sugerem que este método de envelhecimento pode ser inadequado para os micro-testes. Os autores concluíram que testes estáticos (tração, cisalhamento) não são ideais para predizer

o comportamento clínico dos materiais e técnicas testados, já que a falha, *in vivo*, ocorre por dano cumulativo (fadiga).

2.3 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE X RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Stangel, Nathanson e Hsu (1987) avaliaram os efeitos do condicionamento ácido e de diferentes protocolos de adesão sobre a resistência de união entre uma cerâmica à base de sílica e uma resina composta. O condicionamento ácido foi considerado o principal responsável pelo aumento da resistência de união, pois os valores encontrados para os grupos que receberam HF foram sensivelmente superiores àqueles do grupo controle (polidos). A aplicação de silano também foi capaz de otimizar a resistência de união para os grupos tratados e não tratados com HF. A aplicação de adesivo, outro fator de variação testado, aumentou a resistência de união somente para os espécimes não tratados com HF. Os grupos controle (polidos) tiveram fraturas predominantemente adesivas e os grupos tratados tiveram fraturas mistas ou coesivas da cerâmica, quando observados ao MEV.

Shimada, Yamaguchi e Tagami (2002), desenvolveram o teste de resistência ao micro-cisalhamento para comparar diferentes tipos de tratamento de superfície de uma cerâmica prensada à base de cristais de mica. Os tratamentos utilizados foram: (1) jato de óxido de alumínio; (2) polimento; (3) HF por 5 s; (4) HF por 30 s; (5) H_3PO_4 por 5 s e (6) H_3PO_4 por 60 s. Para cada grupo foram confeccionados 10 espécimes utilizando apenas o primer do adesivo (Clearfil SE Bond Primer, Kuraray) e outros 10 espécimes utilizando o silano misturado ao primer (Clearfil Porcelain Bond activator, Kuraray). Após a aplicação e fotopolimerização do adesivo (Clearfil SE Bond, Kuraray), foi utilizado um cimento adesivo (Panavia Fluoro Cement, Kuraray) para preencher tubos pláticos (Tygon – TYG 030, Small Parts) e confeccionar pequenos cilindros aderidos à cerâmica. Após a realização do teste de resistência as amostras cerâmicas foram levadas ao MEV para avaliar o padrão de fratura. A aplicação do silano aumentou os valores de resistência de união para todos os grupos, exceto para o grupo 4. A falha coesiva da cerâmica foi observada, em maior freqüência, nos espécimes que receberam silano, jato e HF. Por análise ao MEV foi observado que o ácido fosfórico não foi capaz de criar alteração

morfológica e que o HF criou várias estruturas granulares, porém a maioria delas sem suporte. O jato, por sua vez aumentou substancialmente a área superficial possibilitando aprisionamento micro-mecânico do cimento em suas porosidades. Concluí-se neste estudo que a aplicação do silano aumentou significativamente a resistência ao micro-cisalhamento e que o ataque com HF não forneceu ganho de resistência ao micro-cisalhamento quando comparado ao jato de óxido de alumínio.

Blatz, Sadan e Kern (2003) realizaram uma revisão de literatura incluindo estudos *in vitro* publicados na língua inglesa entre 1966 e 2001. Os autores citam que as restaurações de cerâmicas vítreas devem ser cimentadas com cimentos resinosos para reduzir as chances de fratura da cerâmica. Os tratamentos de superfície da cerâmica citados foram abrasão com instrumento rotatório, jato com partículas de óxido de alumínio, condicionamento ácido (com HF, bi fluoreto de amônia ou ácido sulfúrico) e a combinação de uma ou mais modalidades de tratamento. A aplicação de silano sobre as cerâmicas à base de sílica aumentou a resistência de união à resina, sendo que o HF foi o ácido mais utilizado e que gerou melhores resultados de resistência de união. Por outro lado o jato de óxido de alumínio aumentou levemente a resistência de união.

Ozcan e Vallittu (2003) avaliaram o efeito de três métodos de condicionamento de superfície sobre a resistência ao cisalhamento de um cimento resinoso (Variolink II – Ivoclar, Vivadent) aderido a discos cerâmicos à base de leucita, dissilicato de lítio, alumina infiltrada por vidro, alumina reforçada por dióxido de zircônio infiltrada por vidro. Os tipos de tratamento de superfície foram: (1) HF 5% por 20 s; (2) jato de óxido de alumínio 110 µm; (3) tratamento triboquímico com deposição de sílica (sistema Rocatec). Todas as amostras receberam aplicação de silano (Monobond-S - Ivoclar, Vivadent), adesivo (Heliobond – Ivoclar, Vivadent) e em seguida foram confeccionados cilindros de cimento resinoso. Metade das amostras passaram por termociclagem (6.000 ciclos) antes do ensaio com carga estática que utilizou velocidade de 1mm/min. Maiores valores de resistência de união pré-ciclagem, foram encontrados nas cerâmicas vítreas à base de leucita e dissilicato de lítio, em comparação às cerâmicas ricas em alumina, para qualquer tipo de tratamento de superfície. A menor perda de resistência pós-ciclagem foi encontrada nas amostras de E2 (dissilicato de lítio) que receberam tratamento de superfície com HF. O jato de óxido de alumínio e, principalmente, a deposição de sílica, foram mais eficientes que

o HF para as cerâmicas ricas em alumina (pobres em matriz vítrea). Os autores evidenciam que não há um protocolo único de tratamento de superfície que possa ser empregado de forma indistinta para cerâmicas com diferentes composições químicas.

Della Bona, Anusavice e Mecholsky (2003) utilizaram o teste de micro-tração para avaliar o efeito do condicionamento ácido das cerâmicas E1 e E2 e da aplicação de silano sobre a resistência de união entre cerâmica e resina composta. Os tratamentos testados foram: (HF) aplicação de HF a 9,5% por 2 min; (S) aplicação apenas de silano; (HFS) aplicação de HF a 9,5% por 2 min, seguido de aplicação de silano. Para todos os tipos de tratamento, a cerâmica E2 apresentou maior resistência de união que a cerâmica E1. Nos grupos onde só foi aplicado silano, o desvio-padrão foi maior, sendo que alguns espécimes fraturaram durante os procedimentos de corte dos palitos. O maior valor de resistência de união foi encontrado no grupo HFS da cerâmica E2. Nenhuma fratura estritamente coesiva de cerâmica ou resina foi detectada. Os autores apontam para a importância da análise detalhada do modo de fratura para complementar os dados de resistência de união para que se possam prever os limites de desempenho clínico de cada material.

Spohr et al. (2003) utilizaram o teste de tração para avaliar a resistência de união entre cimento resinoso (RelyX ARC – 3M) e cerâmica E2 submetida a diferentes tratamentos de superfície: (J100) jato de óxido de alumínio 100 µm; (J50) jato de óxido de alumínio 50 µm; (HF) aplicação de HF 10% por 20 s. Metade das amostras de cada grupo recebeu aplicação de silano (S). A aplicação de silano aumentou a resistência para todos os tipos de tratamento de superfície. A resistência de união do grupo J50 foi maior que a do J100, segundo os autores, devido ao fato da pobre retentividade superficial gerada pelo jato de óxido de alumínio 100 µm. O grupo HFS apresentou a maior resistência de união. A maioria das fraturas observadas foi mista (com resquício de cimento sobre a cerâmica).

Meyer Filho et al. (2004) avaliaram os efeitos de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência de união, à micro-tração, entre a cerâmica E2 e resina composta. Os blocos cerâmicos foram polidos até lixa de granulação 600, receberam jato de óxido de alumínio 50 µm e foram divididos nos grupos: (NT) nenhum tratamento adicional; (S) aplicação de silano; (HF) aplicação de ácido fluorídrico a 9,5% por 20

s; (HFS) idem grupo HF seguido da aplicação de silano. Não foram observadas fraturas estritamente coesivas em nenhum espécime. Nos grupos que receberam ácido a fratura mista foi predominante e no grupo que recebeu apenas silano a fratura adesiva foi predominante. A resistência de união do grupo NT< HF< S< HFS. Desta forma, os autores concluíram que o tratamento da cerâmica com ácido fluorídrico e silano alcançou os maiores valores de resistência de união, e que a aplicação de silano foi o fator isolado mais significativo para o aumento desta resistência. Apenas o jato (grupo NT), sem aplicação de ácido e/ou silano, não promoveu resistência de união adequada.

Saraçoglu, Cura e Çötert (2004) uniram dois cilindros de cerâmica E1 utilizando um cimento resinoso (Opal, 3M ESPE) para testar a resistência ao cisalhamento desta união, quando a cerâmica recebia diferentes tipos de tratamento de superfície: HF 4,9% por 10, 20 e 40 s; HF 9,5% por 10, 20 e 40 s; H_3PO_4 40% por 40 s; jato de óxido de alumínio 50 µm; criação de aspereza com broca diamantada em alta rotação. O tratamento com H_3PO_4 foi o menos efetivo e, quando observado ao MEV, não gerou mudanças morfológicas perceptíveis na superfície cerâmica. Os tratamentos mecânicos de superfície (jato e broca) ofereceram resistência intermediária entre o H_3PO_4 e todos os outros grupos que utilizaram o condicionamento com HF. Para as amostras com HF foi observada a formação de poros e sulcos e para o grupo com maior concentração e tempo de exposição foi observada uma deterioração mais intensa, porém sem prejuízo para a resistência de união.

Nagai et al. (2005) utilizaram o teste de cisalhamento para avaliar a resistência de união de pares de discos de cerâmica E2 unidos entre si pelo cimento resinoso dual Variolink II (Ivoclar Vivadent). Os tipos de tratamento de superfície testados foram: (1) ataque com H_3PO_4 por 40 s; (2) HF por 20 s e (3) jato de óxido de alumínio 70 µm por 10 s. Foram formados subgrupos de acordo com a aplicação, ou não, de silano. O teste de cisalhamento foi realizado à velocidade de 1mm/min antes e após termociclagem (100.000 ciclos). O tratamento de superfície mais efetivo foi o condicionamento com HF. Para todos os grupos houve redução de resistência após termociclagem, especialmente para os grupos sem aplicação de silano. Mesmo após termo-ciclagem, os grupos tratados com HF e sem aplicação de silano, não demonstraram uma queda tão brusca de resistência, devido, segundo os autores, a

uma topografia superficial mais retentiva gerada pelo HF. A fratura do tipo mista foi predominante para os grupos tratados com HF, antes e após termociclagem. Nenhuma fratura puramente coesiva foi encontrada. Os autores concluem que uma adesão resistente e durável pode ser alcançada quando a cerâmica E2 recebe tratamento de superfície com HF, aplicação de silano e cimento resinoso.

Kim et al. (2005) avaliaram o efeito do tratamento de superfície da cerâmica E2 sobre a resistência de união à uma resina composta com o teste de tração. Os tratamentos testados foram: (J) jato de óxido de alumínio 50 µm sob 40 psi de pressão por 5 min; (JHF) idem J seguido por aplicação de HF a 4% durante 2 min; (Si) jato de óxido de alumínio 30µm modificado por sílica (Rocatec – 3M). As amostras receberam silano, adesivo e um cilindro de resina composta. A resistência de união do grupo JHF foi maior que a dos grupos J e Si, que foram iguais entre si. Os autores concluem que o tratamento por jato de óxido de alumínio seguido da aplicação de HF é indicado para aumentar a resistência de união entre cerâmica à base de dissilicato de lítio e resina composta e, clinicamente, pode ser aplicado em casos de reparo de restaurações cerâmicas fraturadas.

Magne e Cascione (2006) utilizaram o teste de micro-tração para avaliar o efeito da limpeza pós- condicionamento ácido sobre a resistência de união entre cerâmica e resina composta. Foi utilizada uma cerâmica à base de sílica e uma cerâmica prensada a calor reforçada por cristais de leucita (SL B00+ - Authentic, Ceramay). Todas as amostras cerâmicas receberam jato de óxido de alumínio e foram condicionadas com HF. Metade das amostras cerâmicas recebeu limpeza pós-condicionamento com H_3PO_4 a 37,5% friccionado com um microbrush sobre a superfície durante 1 min, lavagem com água por 20 s e banho ultra-sônico por 5 min em água destilada. Todas as amostras receberam aplicação de silano e foram unidas em pares com a utilização de adesivo e resina composta (Z100 – 3M). Não existiu diferença de resistência de união entre as duas cerâmicas utilizadas. Quando a limpeza com H_3PO_4 foi realizada, a resistência de união foi quase 50% maior do que quando esta limpeza não foi realizada. Por observação ao MO uma quantidade considerável de resíduos brancos resultantes do tratamento com HF foi revelada. A limpeza com H_3PO_4 utilizada em seguida resultou na remoção destes resíduos quando observados ao microscópio óptico, porém, ao MEV, ainda podia ser notada a presença de alguns depósitos microscópicos contaminando a superfície. Apenas

após o banho ultra-sônico as superfícies mostravam-se livres destes resíduos. Os autores concluíram que tanto a fricção com H_3PO_4 quanto o banho ultra-sônico se mostraram eficientes para remover os contaminantes de superfície e aumentar a resistência de união da cerâmica ao agente de cimentação.

Della Bona, Anusavice e Mecholsky Jr. (2006) testaram a hipótese de que a tenacidade à fratura da união resina-cerâmica é afetada pela micro-estrutura da cerâmica e pelo tratamento de superfície dado à ela. Foram utilizados 2 tipos de cerâmica prensada, E1 e E2 que receberam os tratamentos: (HF) condicionamento com HF a 9,5% por 1minuto; (S) aplicação de silano; (HFS) condicionamento com HF seguido da aplicação de silano. Foi realizada a análise quantitativa da superfície fraturada (fractografia) para calcular a tenacidade à fratura. Os grupos tratados apenas com silano apresentaram os menores valores de tenacidade à fratura e coeficientes de variabilidade mais altos. Os grupos da cerâmica E2 apresentaram maior tenacidade do que os da cerâmica E1. O grupo E2HFS obteve tenacidade à fratura mais alta que os demais grupos. Não houve diferença na classificação dos grupos utilizando os valores de tenacidade à fratura ou os valores de resistência à micro-tração. A análise de fratura ao MEV/EDX mostrou que todas as fraturas foram iniciadas e contidas na interface adesiva, o que, segundo os autores, produziu valores fiéis para mensurar a capacidade de a interface adesiva resistir à separação dos substratos. A interface entre adesivo e cerâmica mostrou-se mais frágil do que a interface entre adesivo e resina composta, pois todas as fraturas foram iniciadas na interface adesivo-cerâmica. A hipótese inicial do estudo foi confirmada pelos autores.

Sálvio et al. (2007) utilizaram 3 diferentes tipos de tratamento de superfície da cerâmica E2 para avaliar os efeitos sobre a resistência de união a um cimento resinoso. Os tratamento testados foram: (HF) aplicação de HF a 10% por 20 s; (J50) jato de óxido de alumínio 50µm com 2 bar de pressão, por 5 s, a uma distância de 10mm; (J100) jato de óxido de alumínio 100µm com o mesmo regime anterior. Todas as amostras receberam aplicação de silano (Monobond S – Ivoclar Vivadent), adesivo (Heliobond – Ivoclar Vivadent) e foram unidas em pares com o cimento V2. Metade das amostras foi estocada em água destilada a 37ºC por 24 h e a outra metade foi estocada por 1 ano. Após o teste de tração o modo de fratura (adesiva, coesiva do cimento ou mista) foi observado ao microscópio óptico (20x). O grupo HF

obteve maior resistência de união que os outros dois grupos, segundo os autores, devido ao padrão superficial mais retentivo gerado pelo condicionamento ácido. O grupo J50 obteve maior resistência de união que o grupo J100, pelo mesmo motivo anterior. O maior período de estocagem (1 ano) resultou em valores de resistência menores para todos os grupos em comparação ao menor período (24 h). A fratura mista foi predominante no grupo HF e a fratura adesiva foi predominante nos grupos J50 e J100.

Kiyan et al. (2007) utilizaram a cerâmica E2 com os seguintes tratamentos: (J) jato de óxido de alumínio 50 µm; (JHF) jato de óxido de alumínio 50µm seguido de ataque com HF 10% por 20 s. Foi feita a aplicação de silano e de cimento resinoso convencional. A resistência de união do grupo J foi menor que a resistência do grupo JHF. A observação do tratamento JHF ao MEV mostrou a formação de uma superfície irregular com um padrão retentivo, com a presença de cristais alongados de dissilicato de lítio e a formação de vales.

Panah, Rezai, Ahmadian (2008), avaliaram a resistência ao micro-cisalhamento da interface cerâmica E2/resina composta. Os autores utilizaram diferentes tipos de tratamento de superfície: (NT) nenhum tratamento; (J) jato de óxido de alumínio 50µm; (HF) HF por 30 s; (S) silano (Monobond-S, Ivoclar-Vivadent); (JHF) jato e HF; (JS) jato e silano; (HFS) HF e silano; (JHFS) jato, HF e silano. Após aplicação do adesivo (Heliobond, Ivoclar-Vivadent) sobre a cerâmica, foram confeccionados dez cilindros de resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar-Vivadent) para cada grupo, utilizando tubos plásticos (Tygon, Norton Performance Plastics) com 0,8mm de diâmetro interno. As amostras foram então estocadas em água destilada à 37ºC durante 24 h. Após o ensaio mecânico, utilizando a técnica do *“wire loop”,* as amostras foram observadas ao MEV para determinar o tipo de fratura. Os grupos que receberam silano, após jato e/ou HF, obtiveram os maiores valores de resistência de união e apresentaram padrão de fratura coesiva do adesivo ou mista. Os grupos NT e J apresentaram fraturas predominantemente adesivas, enquanto os grupos HF, S e JHF apresentaram fraturas adesivas e mistas. O tratamento JHFS alcançou o maior valor de resistência de união entre os grupos.

Ayad, Fahmy e Rosenstiel (2008) avaliaram o efeito de vários tratamentos de superfície sobre a resistência ao cisalhamento da cerâmica E1 quando aderida ao

substrato dental. Os tratamentos testados foram: (1) HF 9,5%, (2) ácido fosfórico 50% ou, (3) 60% por 10 s; (4) jato de óxido de alumínio de 50µm, ou (5) 250µm. Os espécimes cerâmicos receberam aplicação de silano e foram aderidos ao substrato dental com um cimento resinoso (Nexus 2, Kerr Corp.). Os autores observaram que, quando o ácido fosfórico foi utilizado, nenhuma alteração morfológica pôde ser detectada ao MEV na superfície cerâmica, e que a resistência de união foi mínima. Os valores de rugosidade superficial, medidos em um perfilômetro, foram maiores nas superfícies que receberam jato de óxido de alumínio 50µm, onde foi observada a formação de poros e sulcos, porém sem acréscimo na resistência de união. Já para o HF, ocorreu a maior resistência de união, sendo 81% maior que aquela observada para o ácido fosfórico.

Torres et al. (2009), utilizaram o teste de micro-cisalhamento para avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência de adesão entre cerâmica E2 e cimento resinoso (Panavia F, Kuraray). Foram testados os tratamentos: (NT) nenhum tratamento adicional (controle); (HF) HF 9,5% durante 20 s e (J) jato com óxido de alumínio 50µm. Sobre cada amostra cerâmica foram confeccionados cinco cilindros preenchidos por cimento resinoso, padronizados pelo uso de um tubo plástico Tygon (TYG-030, Small Parts), após a aplicação de silano. Os cilindros de resina foram polimerizados por 40 s e deixados em repouso durante 1h antes da remoção do tubo plástico. Os espécimes foram então imersos em água destilada a 37ºC durante 24 h. Uma haste metálica de 0.5mm de espessura foi utilizada para imprimir a força durante o ensaio mecânico. A resistência de união do grupo NTfoi menor que a do grupo J, que foi menor que a do grupo HF. A análise morfológica, ao MEV, do grupo HF revelou a exposição de cristais alongados de dissilicato de lítio e a presença de suaves irregularidades que foram capazes de favorecer a retenção micro-mecânica do cimento resinoso. Foi sugerido que a maior profundidade das irregularidades, criadas pelo HF, causaria redução dos efeitos da degradação hidrolítica, durante a estocagem, por aumentarem a interação entre cimento e cerâmica.

Brum (2009) utilizou o teste de cisalhamento para avaliar o tratamento de superfície da cerâmica na resistência de união com cimento resinoso dual. Sessenta amostras de cerâmica E2 foram divididas em 2 grupos: (PL) polidas com lixa até granulação 2000 com pasta diamantada e (NPL) não polidas. Os tratamentos testados foram:

(C) controle – sem tratamento adicional; (J) jato de óxido de alumínio 50 µm a 4 bar de pressão por 5 s a uma distância de 10 mm; (HF) aplicação de HF a 10% por 20 s. Todas as amostras receberam silano (Monobond S – Ivoclar Vivadent) e adesivo hidrófobo (Scothbond Multi-Purpose Bond – 3M) e 3 cilindros do cimento resinoso dual V2. Foi realizado o teste de cisalhamento “wire loop”, à velocidade de 1 mm/min. A classificação do modo de fratura (adesiva, coesiva do cimento ou coesiva da cerâmica) foi realizada por observação ao MEV. Não houve diferença estatística na resistência de união entre os grupos PLC e NPLC. A resistência do grupo Cfoi menor que a do grupo J, que foi menor que a do grupo HF. A fratura predominante em HF foi do tipo coesiva da cerâmica.

Belli et al. (2010) avaliaram o efeito de diferentes métodos de limpeza da superfície cerâmica após condicionamento com HF sobre a resistência de união à resina composta. Foram testados dois tipos de cerâmica prensada, uma a base de leucita (E1) e outra à base de dissilicato de lítio (E2). Todas as superfícies cerâmicas, após serem polidas, foram tratadas com HF, lavadas em água corrente e receberam um dos métodos de limpeza após HF: (1) nenhuma limpeza adicional - controle, (2) *spray* de ar/água por 30 s, (3) ácido fosfórico por 30 s, (4) banho ultra-sônico em água destilada por 5 min, (5) ácido fosfórico e banho ultra-sônico. Foi feita aplicação de silano e adesivo em todas as amostras. Os autores utilizaram uma metodologia de confecção de espécimes com tubos Tygon, que é geralmente utilizada para os testes de micro-cisalhamento, porém, foi aplicado o teste de micro-tração. Para a cerâmica E1, todos os métodos de limpeza foram capazes de remover a espessa camada de resíduos deixados pelo condicionamento com HF. Para a cerâmica E2, apenas a aplicação de ácido fosfórico não foi capaz de remover completamente a fina camada de resíduos. A presença de resíduos afetou negativamente a resistência de união somente à cerâmica E1. Segundo os autores a resistência de união não foi afetada na cerâmica E2 por esta apresentar menor conteúdo de sílica e menor tempo de condicionamento com HF, resultando em uma fina e permeável camada de resíduos. Para os grupos que não receberam limpeza adicional a fratura adesiva foi predominante e para os demais grupos as fraturas mistas envolvendo a resina composta foram mais freqüentes. Os autores concluíram que o *spray* ar/água, por ser o método mais simples e menos oneroso que o ultra-som, pode ser utilizado

para remover com sucesso os resíduos da superfície cerâmica após o condicionamento com HF.

Zhang e Degrange (2010) utilizaram o teste de cisalhamento para comparar a resistência de união entre dentina e uma cerâmica à base de dissilicato de lítio (E-max – Ivoclar Vivadent), utilizando 2 cimentos resinosos convencionais e 3 auto-adesivos. A superfície cerâmica recebeu 3 tipos de tratamento de superfície: (PL) apenas polimento; (HF) aplicação de HF a 5% por 1 min; (HFS) idem HF seguido da aplicação de silano (Monobond S – Ivoclar Vivadent). Os cimentos resinosos convencionais (V2/ Excite DSC – Ivoclar Vivadent; e Multilik Automix/ Primer A+B – Ivoclar Vivadent) apresentaram valores de resistência de união maiores que os cimentos auto-adesivos (RelyX Unicem – 3M; Multilink Sprint – Ivoclar Vivadent; e Maxcem – Kerr). A resistência de união dos tratamentos PL< HF< HFS. Entre os cimentos auto-adesivos, a resistência de união obtida com o Maxcem foi menor que aquela obtida para o RelyX Unicem e Multilink Sprint, o que pode ser atribuído, segundo os autores, à diferença de composição química dos cimentos. Os autores concluíram que, apesar de se advogar que não há necessidade de qualquer tratamento de superfície para os cimentos auto-adesivos, o condicionamento da cerâmica à base de dissilicato de lítio com HF e aplicação de silano melhoram a resistência de união ao cimento.

2.4 SISTEMAS DE CIMENTAÇÃO E RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Piwowarczyk, Lauer e Sorensen (2004) uniram discos de cerâmica E2 a cilindros de resina composta por meio de diversos cimentos não resinosos convencionais (fosfato de zinco, ionômero de vidro e ionômero modificado por resina), resinosos (V2, Panavia F, Compolute, RelyX ARC) e um cimento resinoso auto-adesivo (RelyX Unicem). Antes da cimentação todos os discos cerâmicos foram polidos até a lixa de granulação 600, tratados com HF a 5% por 20 s e receberam aplicação de silano (Monobond-S – 3M). Após o teste de cisalhamento, os maiores valores de resistência foram observados para os cimentos V2, Compolute e RelyX Unicem, que foram iguais entre si. Os cimentos não resinosos convencionais resultaram nos menores valores de resistência de união entre cerâmica e resina. Após análise do

modo de fratura, os autores sugerem uma correlação direta entre maiores valores de resistência e maior freqüência de fratura coesiva da cerâmica.

El Zohairy et al. (2004) avaliaram a resistência de união entre cerâmica (CAD/CAM Cerec Vitablocs) tratada com HF e silanizada a um cimento resinoso (Nexus 2- Kerr) na presença e na ausência de agente adesivo interposto (Optibond Solo Plus- Kerr). A resistência de união testada por micro-tração após um dia de imersão em água destilada foi maior quando o adesivo foi utilizado. Os autores atribuem este resultado ao fato de o adesivo apresentar menor viscosidade e melhor escoamento que o cimento, reduzindo o número e o tamanho dos defeitos na área adesiva e melhorando a interação com o silano aplicado anteriormente. Porém, essa maior resistência inicial com a presença de adesivo, foi rapidamente perdida quando os espécimes foram deixados em imersão por um período maior. Os autores sugerem que, por se tratar de um adesivo com características hidrofílicas, ocorreu absorção de água na interface adesiva e conseqüentemente redução da resistência de união.

Reich et al. (2005) compararam a resistência de união entre uma cerâmica (Vita Mark II) tratada com HF e silano e dois cimentos resinosos (V2 e RelyX Unicem), com ou sem aplicação de adesivo (Heliobond). Quando o adesivo foi aplicado, a resistência de união ao cisalhamento aumentou para os dois cimentos. Segundo os autores isso ocorreu devido a uma menor viscosidade e maior escoamento do adesivo em relação ao cimento. O cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem teve melhor desempenho que o cimento resinoso convencional V2, mesmo sem a aplicação de adesivo. Os autores explicam este resultado pela possibilidade de ocorrer uma reação favorável entre os monômeros ácidos presentes neste cimento e os grupos hidroxila presentes na cerâmica formando fortes ligações de hidrogênio.

Kumbuloglu et al. (2005) utilizaram o teste de cisalhamento para avaliar a resistência de união da cerâmica E2 a diferentes cimentos resinosos (Panavia 21 ou Panavia F-Kuraray, V2, RelyX ARC ou RelyX Unicem-3M ESPE). Os autores seguiram os procedimentos de cimentação fornecidos pelos fabricantes de cada cimento e, por esse motivo, a cerâmica não foi condicionada com HF e não recebeu aplicação de silano quando o RelyX Unicem foi utilizado. Os grupos que utilizaram Panavia 21 e Panavia F também não foram tratados com HF. Metade dos discos de cada grupo sofreu ciclagem térmica. A resistência de união obtida pelos cimentos Panavia 21,

Panavia F e RelyX Unicem foram semelhantes e bem menores que aquela obtida pelos cimentos V2 e RelyX ARC. Este fato foi relacionado pelos autores, não somente às propriedades de adesão dos cimentos, mas também aos diferentes tratamentos pré-cimentação dados à cerâmica para cada cimento. Foi observado ao MEV que os grupos com maiores valores de resistência de união apresentaram fratura coesiva e os demais grupos fratura adesiva. A termo-ciclagem afetou negativamente a resistência de união de todos os cimentos.

Pisani-Proença et al. (2006) avaliaram a resistência de união, com o teste de micro-tração, de um cimento resinoso auto-adesivo e de 2 cimentos resinosos convencionais à cerâmica E2 com 2 tipos de tratamentos de superfície: (NT) nenhum tratamento após polimento; (HFS) condicionamento com HF a 5% por 20 s e aplicação de silano (Monobond-S – Ivoclar Vivadent). Blocos de resina composta (Tetric Ceram – Ivoclar Vivadent) foram cimentados aos blocos cerâmicos com um cimento resinoso auto-adesivo (RelyX Unicem – 3M) ou com um dos 2 cimentos resinosos convencionais (Multilink – Ivoclar Vivadent ou Panavia F – Kuraray). Nos grupos que não receberam tratamento de superfície, o cimento auto-adesivo obteve maior resistência que os cimentos resinosos convencionais. Para os grupos com o tratamento HFS, o RelyX Unicem e o Multilink apresentaram resistência de união superior ao Panavia F. Os autores concluem que o apelo de marketing, ao propor que o tratamento de superfície da cerâmica seja desnecessário para o cimento resinoso auto-adesivo, é duvidoso, uma vez que a aplicação de HF e silano sobre a cerâmica de dissilicato de lítio acarreta em aumento da resistência de união.

Costa, Hebling e Randal (2006) avaliaram a resposta pulpar inflamatória pós-cimentação de inlays *in vivo* com dois tipos de cimento resinoso, um convencional (V2) e um auto-adesivo (RelyX Unicem - UN). Cavidades classe V padronizadas foram fabricadas em 34 pré-molares saudáveis com extração indicada por motivo ortodôntico. Foi realizada a moldagem e confecção de restauração *inlay* indireta em resina composta (Z250 - 3M ESPE) que foi cimentada a cada dente com um dos procedimentos: (UN) aplicação de RelyX Unicem; (V2) condicionamento ácido da cavidade, aplicação de adesivo e Variolink II. Os dentes foram extraídos 7 ou 60 dias após a cimentação e foram submetidos a cortes para observação histológica em microscópio óptico. Cortes histológicos de dentes intactos e de dentes com forramento de hidróxido de cálcio antes da cimentação foram utilizados como

controle. Apesar de nenhuma sensação dolorosa ou de desconforto ter sido relatada pelos pacientes, a reação inflamatória foi maior e se manteve após 60 dias quando foi aplicado o V2. Neste grupo foi observada a difusão de monômeros no interior dos túbulos dentinários em direção à polpa, devido, segundo os autores, a permeabilidade dentinária aumentada em decorrência condicionamento ácido e a pressão impressa durante o assentamento da peça protética. Quando foi aplicado o cimento auto-adesivo UN foi observada, ao contrário do V2, a formação de uma camada híbrida bem delgada e ausência de "*tags*" resinosos, porém, com manutenção da adesão com a dentina. Em contrapartida, a difusão de monômeros em direção a polpa não foi observada, em função da não remoção da lama dentinária. A reação inflamatória inicial (7 dias) foi branda e não pode ser observada nenhuma inflamação após 60 dias, mesmo em cavidades mais próximas à polpa. Os autores especulam que a hidrólise e liberação de monômeros para a polpa são prevenidas devido a 3 características deste cimento auto-adesivo: (1) reação química com a estrutura dental, (2) baixa solubilidade devido ao alto grau de conversão dos monômeros, e (3) mecanismo de auto-neutralização da acidez inicial. Os autores concluíram que a cimentação resinosa convencional com o cimento Variolink II causa maior agressão à polpa que a cimentação auto- adesiva com o cimento RelyX Unicem.

Clelland et al. (2007) avaliaram o efeito da qualidade de cimentação na resistência à fratura da cerâmica E2 unida a uma resina composta por meio de um cimento resinoso convencional. Sobre as superfícies cerâmicas foi realizado condicionamento com HF e aplicação de silano. Defeitos foram introduzidos em uma das interfaces de cimentação por interposição de uma pasta de silicone antes da cimentação com cimento resinoso convencional. Desta forma foram obtidos 3 grupos: controle (cimentação padrão); interface cimento-cerâmica defeituosa e interface cimento-substrato defeituosa. Uma força axial intermitente e progressiva foi aplicada até que uma trinca pudesse ser observada na cerâmica por transluminação. Os 2 grupos com defeitos na interface adesiva apresentaram menor resistência à fratura que o grupo controle. Quando o defeito encontrava-se na interface cerâmica-cimento a resistência era ainda menor, portanto uma falha de adesão entre cerâmica e cimento, foi mais prejudicial à resistência da cerâmica que uma falha entre substrato e cimento. Os autores concluíram que a qualidade da cimentação

influencia a capacidade de as restaurações cerâmicas suportarem cargas sem que ocorra a sua fratura.

Radovic et al. (2008) em uma revisão de literatura de estudos laboratoriais a respeito dos cimentos auto-adesivos, relataram que o cimento RelyX Unicem, primeiro cimento desta categoria a ser introduzido no mercado em 2002, foi testado na maioria dos estudos. As outras marcas comerciais foram bem menos pesquisadas em comparação a este primeiro cimento. Foi relatado que este cimento auto-adesivo promove boa adesão a substratos cerâmicos, com valores semelhantes aos obtidos com cimentos resinosos convencionais. Os autores concluíram que os cimentos resinosos auto-adesivos aparecem como uma alternativa de cimentação promissora, porém, estudos de desempenho clínico de longo prazo são necessários para que se possa fazer a recomendação de seu uso de forma mais abrangente.

Aida et al. (2008) avaliaram o efeito da aplicação de adesivo na resistência de união entre uma cerâmica à base de sílica e uma resina composta, com o teste de cisalhamento. Não houve diferença estatística de resistência de união entre os espécimes que receberam e os que não receberam adesivo, quando não foi feita termo-ciclagem. Porém, a aplicação de adesivo causou redução de resistência de união para os espécimes que sofreram termo-ciclagem. Os autores concluíram que a aplicação de adesivo não tem efeito positivo sobre a resistência de união entre cerâmica e resina.

Passos et al. (2008) também avaliaram o efeito da aplicação de adesivo na resistência de união entre uma cerâmica à base de sílica e cimento resinoso V2, utilizando o teste de micro-tração. As superfícies cerâmicas foram condicionadas com HF a 10% por 60 s e receberam aplicação de silano. A resistência de união dos espécimes que não receberam adesivo (Scothbond Multipurpose Plus -3M) foi ligeiramente maior que a dos espécimes que receberam adesivo, quando não foi feita termo-ciclagem. Nos espécimes que passaram por termo-ciclagem, quando o adesivo foi aplicado, a resistência de união foi menor do que quando o adesivo não foi aplicado. A maioria das fraturas, 80 a 100%, foi do tipo mista. Os autores concluíram, portanto, que a aplicação de adesivo não contribui para aumentar a resistência de união entre cerâmica e cimento. Os mesmos ainda sugerem que a

camada de adesivo, por aumentar a espessura da interface adesiva, pode influenciar negativamente na degradação e descoloração marginal.

Meng, Yoshida, Astuta (2008) utilizaram o teste de micro-cisalhamento *"wire loop",* com velocidade de 1 mm/min, para avaliar o efeito da aplicação de adesivo na resistência de união entre uma cerâmica à base de leucita e cimento resinoso V2. Foi feita aplicação de silano após condicionamento ácido da cerâmica e aplicação de adesivo (Heliobond - Ivoclar Vivadent) em metade da amostra. A aplicação de adesivo não contribuiu para aumentar a resistência de união para os espécimes que não receberam termo-ciclagem, não havendo diferença estatística entre os grupos onde houve e não houve aplicação de adesivo. Quando foi feita a termo-ciclagem, a aplicação de adesivo gerou valores de resistência menores do que a não aplicação deste, afetando negativamente a durabilidade da adesão. Maior número de fraturas adesivas foi encontrado quando o adesivo foi utilizado, segundo os autores, devido a sua capacidade de dissipar tensões na interface adesiva evitando, assim, fraturas na cerâmica ou no cimento. Os autores concluíram que o adesivo parece não ser necessário para adesão do cimento resinoso à cerâmica.

Pinto (2009) utilizou o teste de micro-tração para avaliar a resistência de união entre resina composta e cerâmica E2 unidas com cimento resinoso convencional (Panavia F) e auto-adesivo (RelyX U100). As superfícies cerâmicas receberam jato de óxido de alumínio 60 µm, HF 10% por 20 s e silano (Monobond S – Ivoclar Vivadent). Antes da aplicação do cimento resinoso convencional foi aplicada uma camada de adesivo (Scotchbond Multipurpose plus – 3M). Foram relatadas fraturas mistas, com envolvimento do substrato cerâmico e/ou compósito em 20% dos espécimes do grupo RelyX U100 e 26,6% dos espécimes do grupo Panavia F. A resistência de união do cimento resinoso convencional foi maior que a do cimento auto-adesivo.

2.5 ESTUDOS CLÍNICOS

Conrad, Seong e Pesun (2007) realizaram uma revisão sistemática de estudos clínicos que utilizaram diferentes sistemas cerâmicos. A fratura da cerâmica de recobrimento e/ou *coping* foi citada, pela maioria dos estudos, como motivo principal

de falha das restaurações de cerâmica pura. Trincas da cerâmica de recobrimento e perda de adesão foram relatadas como complicações de menor ordem. O índice de sobrevivência das restaurações de cerâmica pura foi de 88 a 100% nos primeiros 5 anos de função e de 84 a 97% entre o quinto e o décimo quarto anos de função. Os autores fizeram as seguintes colocações a respeito da cerâmica E2: (a) deve ser cimentada adesivamente com cimento resinoso, pois este pode reduzir a chance de fratura da cerâmica, por ter maior resistência à compressão que cimentos convencionais, fornecendo, assim, melhor suporte à restauração; (b) por apresentar boa translucidez, está indicado para áreas de alta demanda estética. Os autores relatam que não há evidência científica para suportar a utilização de um único sistema cerâmico para todas as situações clínicas. O sucesso das restaurações de cerâmica pura está na habilidade de seleção do material e tipo de cimentação mais adequada, para ir ao encontro das condições intra-orais e às necessidades estéticas de cada caso.

Santos Jr., Santos e Rizkalla (2009), em um estudo de relato de casos clínicos, sugerem um protocolo de tratamento de superfície da cerâmica à base de dissilicato de lítio com os seguintes passos: (1) jato com óxido de alumínio com tamanho de partícula de 30 a 50µm sob 80 psi; (2) condicionamento ácido com HF a 9,5%, por 20 s, seguido por lavagem e secagem; (3) aplicação de silano por 1minuto e secagem. Os autores chamam a atenção para a necessidade de se compreender a composição química dos componentes utilizados para a cimentação. As interferências químicas deletérias entre o sistema adesivo de passo único e o cimento resinoso de presa dual são destacadas pelos autores.

Taschner et al. (2009) publicaram um estudo clínico prospectivo comparando o sucesso de 40 *onlays/inlays* de cerâmica E1 cimentadas com o cimento resinoso convencional V2 e 43 *onlays/inlays* cimentadas com cimento resinoso auto-adesivo (RelyX Unicem) de acordo com as instruções de cada material. As restaurações receberam condicionamento com HF e silanização (Monobond S – Ivoclar Vivadent) e, apenas quando foram cimentadas com o cimento V2, receberam aplicação de uma camada de adesivo (Heliobond – Ivoclar Vivadent). Após um ano de avaliação clínica as restaurações cimentadas com V2 apresentavam melhor estabilidade de cor e melhor integridade de sua estrutura. Entretanto ocorreu apenas um caso de insucesso, devido à fratura de margens de esmalte em uma *inlay* cimentada com V2.

Com relação aos critérios de rugosidade superficial, integridade marginal, integridade dental, sensibilidade e satisfação do paciente não houve diferença estatística entre os dois cimentos utilizados. Os autores concluíram que o cimento auto-adesivo apresentou desempenho clínico comparável ao cimento resinoso convencional após 1 ano de acompanhamento.

Valenti e Valenti (2009), por meio de um estudo retrospectivo, avaliaram o desempenho clínico de 261 coroas de E2 cimentadas adesivamente com 1a 10 anos de acompanhamento. A superfície interna das restaurações foi condicionada com HF a 5% por 60 s, recebeu aplicação de silano (Monobond S – Ivoclar Vivadent), adesivo (Adper Scotchbond – 3M) e cimento resinoso V2. Apenas 6 restaurações falharam, 4 por fratura da porcelana de recobrimento e 2 por fratura do *coping* cerâmico. Ocorreram dois casos de pulpite irreversível que foram tratados sem a necessidade da remoção das restaurações. O índice de sobrevivência das coroas E2 (95,5%) foi considerado compatível ao índice encontrado em outros estudos para coroas metalo-cerâmicas. Os autores atribuíram este elevado índice de sobrevivência ao fato de ter sido seguido um protocolo meticuloso de cimentação.

Wolfart et al. (2009) avaliaram o desempenho de 36 próteses parciais fixas de 3 elementos, através de acompanhamento clínico médio de 86 meses. As próteses foram fabricadas com cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS e.max Press-Ivoclar Vivadent) que possui cristais menores que a cerâmica E2, e possui resistência à flexão e tenacidade à fratura 10% maior que esta última. As superfícies internas da cerâmica foram condicionadas com HF 5% por 20 s e receberam aplicação de silano. Os casos em que o término do preparo encontrava-se supra ou ao nível gengival foram cimentados com cimento resinoso V2, e os casos com término sub-gengival foram cimentados com cimento de ionômero de vidro. Apenas 2 próteses falharam por fratura, resultando em um índice de sobrevivência de 93%. Os autores atribuem este sucesso ao fato de a maioria das próteses terem sido completamente prensadas, sem a aplicação de cerâmica de recobrimento. Não foi encontrada diferença estatística significativa no índice de sucesso de acordo com o tipo de cimentação (adesiva ou convencional). Necessidade de tratamento endodôntico (n=2), perda de adesão (n=2) e fratura de cerâmica de recobrimento (n=2) foram outras complicações encontradas.

Van Meerbeek et al. (2010) investigaram se existe correlação entre os resultados dos testes laboratoriais de resistência de união à dentina e os resultados clínicos da utilização de diversos sistemas adesivos. Os autores correlacionaram os dados obtidos através de duas revisões sistemáticas de literatura, uma sobre os testes *in vitro* de resistência de união a substrato dental e outra sobre taxas de sobrevivência clínica de restaurações classe V com a utilização de sistemas adesivos de três, dois e único passo. Os resultados, tanto laboratoriais quanto clínicos, apontam para uma maior eficácia dos sistemas adesivos de três passos, seguidos pelos sistemas de 2 passos e passo único, respectivamente, em relação à longevidade da adesão ao substrato dental. Os autores concluíram que há correlação entre testes laboratoriais que utilizam envelhecimento dos espécimes e os resultados clínicos com acompanhamento de 5 anos.

Peumans et al. (2010) em um estudo prospectivo clínico controlado randomizado avaliaram o desempenho de *inlays/onlays* de cerâmica E2 cimentadas com o cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem. Sessenta e duas restaurações receberam tratamento prévio com HF a 4,5 % por 60 s e aplicação de silano (Monobond S – Ivoclar Vivadent) e foram cimentadas. Outros dois clínicos (estudo cego) avaliaram os dentes restaurados 1 mês, 6 meses, 1 ano e 2 anos após a cimentação. O índice de sobrevivência das restaurações foi de 96,6%. Apenas duas restaurações falharam por perder adesão ao preparo. O cimento ficou aderido à cerâmica e não ao dente em ambas as situações. Estas restaurações foram re-cimentadas, porém, voltaram a perder adesão, sendo uma delas cimentada novamente com cimento resinoso convencional. Sensibilidade dental inicial foi raramente relatada, e desapareceu após 6 meses. Os autores concluíram que o cimento RelyX Unicem apresentou comportamento clínico aceitável após dois anos de uso e sugerem estudos a longo prazo para que estas afirmativas possam ser confirmadas.

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo tem como objetivos:

(1) Identificar qual tipo de tratamento de superfície de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio resulta em maior resistência de união entre cerâmica e três sistemas de cimentação.

(2) Comparar a resistência de união entre uma cerâmica à base de dissilicato de lítio, com diversos tipos de tratamento de superfície, e três tipos de sistemas de cimentação resinosos: um sistema de cimentação resinoso convencional e dois sistemas de cimentação resinosos auto-adesivos.

(3) Avaliar o efeito da aplicação de adesivo sobre a resistência de união entre uma cerâmica à base de dissilicato de lítio e um cimento auto-adesivo.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 MATERIAIS

Os fatores de variação testados neste estudo experimental *in vitro* foram o tipo de tratamento de superfície, tipo de sistema de cimentação e aplicação de agente adesivo, este último apenas quando foi utilizado cimento auto-adesivo. Os materiais odontológicos utilizados neste estudo estão descritos no Quadro 1 e 2.

Quadro 1. Materiais odontológicos utilizados.

Material	**Nome Comercial**	**Lote**	**Fabricante**
Cerâmica	IPS Empress 2	JO2148	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Óxido de Alumínio com 50µm de granulação	Óxido de Alumínio	43587	Bio-Art, São Carlos, SP, Brasil
Ácido Fluorídrico a 10%	Condicionador de Porcelanas	1107128	Dentsply/ Petrópolis, Brasil
Ácido Fosfórico a 37%	Total Etch	K30323	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Silano	Monobond - S	K30207	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Adesivo[1]	Excite DSC	N01060	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Cimento Resinoso Convencional	Variolink II	L59538	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Adesivo[2]	Adper Single Bond 2	N167023	3M ESPE, Saint Paul, EUA
Cimento Resinoso Auto- adesivo	RelyX U100	383247	3M ESPE/ Seefeld, Alemanha.

1 Adesivo utilizado com o cimento resinoso convencional.
2 Adesivo utilizado com o cimento resinoso auto-adesivo.

Quadro 2. Nome comercial e composição dos materiais odontológicos utilizados

Nome comercial	**Composição**
IPS Empress 2 (E2)	Matriz de sílica com cristais de dissilicato de lítio (teor cristalino aproximado de 70%).
Condicionador de porcelanas (HF)	Ácido fluorídrico, água, espessante, corante.
Total Etch (P)	Ácido fosfórico, água, espessante, corante.
Monobond - S	3-Metacriloxipropil-trimoxisilano, solução de água/etanol com ácido acético. (Monocomponente).
Excite DSC (EX)	HEMA, dimetacrilatos, acrilato de ácido fosfônico, dióxido de silício altamente disperso, iniciadores e estabilizadores em uma solução alcoólica.
Variolink II (V2)	Matriz: Bis-GMA, dimetacrilato de uretano e trietilenoglicoldimetacrilato. Carga: vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais. Catalizadores, estabilizadores e pigmentos.
Single Bond 2 (SB2)	HEMA , Bis-GMA, dimetacrilatos, copolímeros do ácido poli-alcenóico, iniciador, água, etanol e nanopartículas de sílica coloidal
Rely X U100 (UC)	Pasta Base: fibra de vidro, ésteres ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato de trietilenoglicol, sílica tratada com silano e persulfato de sódio. Pasta catalisadora: fibra de vidro, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio e hidróxido de cálcio.

4.2 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Cinquenta e quatro discos de cera com 10 mm de diâmetro e 4 mm de espessura foram fabricados e incluídos no revestimento IPS Empress 2 Speed (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e eliminados em um forno de queima (7000-5P, EDG Equipamentos Ltda., São Carlos, Brasil). Lingotes de cerâmica E2 (cor A2) aquecidos a 920º C foram prensados para o interior do revestimento em um forno específico (EP 500 – Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechteinstein). Após resfriamento até a temperatura ambiente, os discos cerâmicos foram desincluídos com jato de esferas de vidro de 50 µm a uma pressão de 80 libras, limpos em cuba ultra-sônica com um líquido especial (Invex Liquid – Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechteinstein) por 10 minutos, lavados em água corrente e secos.

Os discos foram então colocados sobre de uma placa de vidro e circundado por uma matriz tubular de cloreto de polivinila (PVC – Tigre, Rio Claro, SP, Brasil) de 3 cm de altura e 2 cm de diâmetro, onde foi vertida resina acrílica incolor quimicamente ativada (JET, Artigos Odontológicos Clássicos, São Paulo, SP, Brasil). Após completa polimerização, para tornar plana e lisa a superfície exposta do disco cerâmico, foi utilizada uma politriz horizontal (Metalprisma, ERIOS Equipamentos Técnicos e Científicos Ltda, São Paulo, Brasil) com lixas abrasivas de carbeto de silício (Carborundum, Saint-Gobain Abrasivos Ltda, Guarulhos, SP, Brasil) de granulação número 100, 220, 400 e 600, sucessivamente, sob refrigeração por água corrente, durante 1 minuto cada lixa. Após este procedimento todas as amostras foram limpas em banho ultra-sônico (USC 5846/05, Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) durante 10 minutos em água destilada.

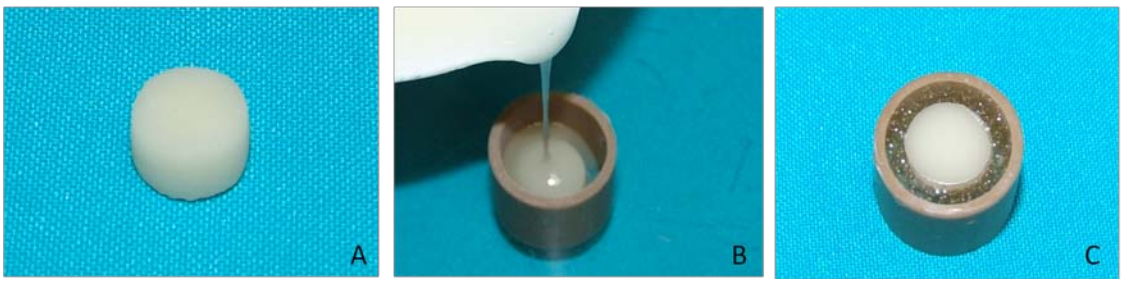

Figura 1. Seqüência de obtenção da amostra cerâmica. A - disco de cerâmica; B - inclusão do disco no tubo de PVC; C – amostra após regularização.

Os discos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em 06 grupos de acordo com o tratamento de superfície empregado, descritos a seguir:

NT - Nenhum tratamento adicional (apenas a regularização até a lixa 600)

J - Jato de óxido de alumínio com granulação de 50µm, durante 10 s, utilizando-se um aparelho jateador (Microetcher, Bio-Art, São Carlos, SP, Brasil), operando à pressão de 80 libras e mantendo a distância de 10 mm da superfície, com a ponta do aparelho direcionada em ângulo reto em relação à superfície da amostra de cerâmica, banho ultra-sônico em água destilada por 10 min.

HF - Condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20s, lavagem com jato de água por 60 segundos e secagem com jatos de ar livre de umidade e óleo.

JHF - Mesmo tratamento J seguido do mesmo condicionamento ácido HF.

HFP – Mesmo condicionamento HF seguido de limpeza com ácido fosfórico a 37% por 40s, lavagem com jato de água por 60 segundos e secagem com jatos de ar livre de umidade e óleo.

JHFP - Mesmo tratamento J seguido do mesmo condicionamento ácido e limpeza HFP.

Após tratadas, as superfícies cerâmicas receberam aplicação de uma camada de silano, deixando-a atuar por 60 segundos, e foram secas com jato de ar livre de umidade e óleo.

Todos os discos cerâmicos destinados ao cimento Variolink II receberam aplicação de adesivo, porém, apenas metade dos discos destinados ao cimento RelyX U100 recebeu aplicação de adesivo. Para cada cimento foi utilizado um adesivo diferente, do mesmo fabricante do cimento. Os protocolos de cimentação utilizados estão resumidos na Tabela 1.

Tabela 1. Distribuição dos grupos de acordo com tipo de tratamento de superfície da cerâmica, tipo de adesivo (ou ausência de adesivo) e tipo de cimento resinoso utilizado.

Grupos Experimentais	Tratamento de superfície	Adesivo	Cimento
Grupo 1	NT	EX	V2
Grupo 2	NT	-	UC
Grupo 3	NT	SB2	UC
Grupo 4	J	EX	V2
Grupo 5	J	-	UC
Grupo 6	J	SB2	UC
Grupo 7	HF	EX	V2
Grupo 8	HF	-	UC
Grupo 9	HF	SB2	UC
Grupo 10	JHF	EX	V2
Grupo 11	JHF	-	UC
Grupo 12	JHF	SB2	UC
Grupo 13	HFP	EX	V2
Grupo 14	HFP	-	UC
Grupo 15	HFP	SB2	UC
Grupo 16	JHFP	EX	V2
Grupo 17	JHFP	-	UC
Grupo 18	JHFP	SB2	UC

A aplicação do adesivo foi feita com o auxílio de um *microbrush* para espalhá-lo sobre toda a superfície da cerâmica e um leve jato de ar foi direcionado a essa superfície para causar volatilização do solvente presente no adesivo por 10 s, antes que esta fosse fotopolimerizada por 20 s.

Cada grupo foi formado por 3 discos cerâmicos onde foram confeccionados 10 espécimes de cimento resinoso. Para padronizar o tamanho dos espécimes e delimitar a área de adesão, foram utilizados tubos plásticos (Tygon, Norton Performance Plastics Co., Cleveland, OH, EUA) com diâmetro interno de 0,8mm e altura de 2,0mm que foram preenchidos com o cimento resinoso, apoiados sobre a

superfície cerâmica e fotopolimerizados por 40 segundos sob luz halógena com potência de 550 mW/cm^2 (Optilight Plus, Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) a uma distância de 0,5 cm dos cilindros. Após uma hora em repouso os tubos plásticos foram cortados longitudinalmente com lâmina de bisturi número 12 e removidos cuidadosamente (Figura 2). Excessos de cimento que ficaram ao redor da base de alguns cilindros foram removidos com auxílio da lâmina de bisturi. Os espécimes foram analisados em microscópio óptico (Olympus AX70, Tokyo, Japão) com 40 vezes de aumento para avaliar a existência de falhas ou fendas entre o cimento e a superfície cerâmica (Figura 3). Aqueles que apresentaram falhas na região de adesão foram eliminados, substituídos e observados novamente no microscópio óptico. Os corpos de prova foram, então, imersos em água destilada e armazenados em uma estufa à 37^{0}C durante 24 horas.

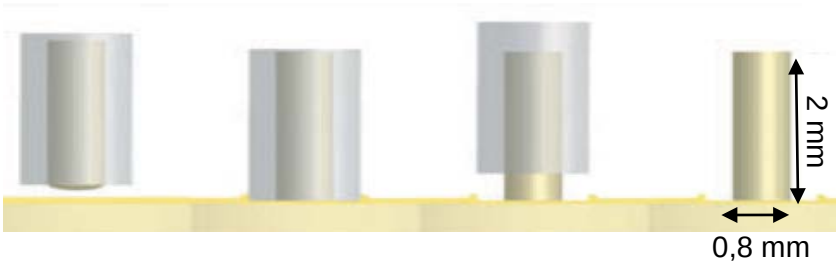

Figura 2. Desenho esquemático da sequência de confecção dos cilindros de cimento resinoso. Nota: este esquema foi adaptado do trabalho de Belli et al, 2010.

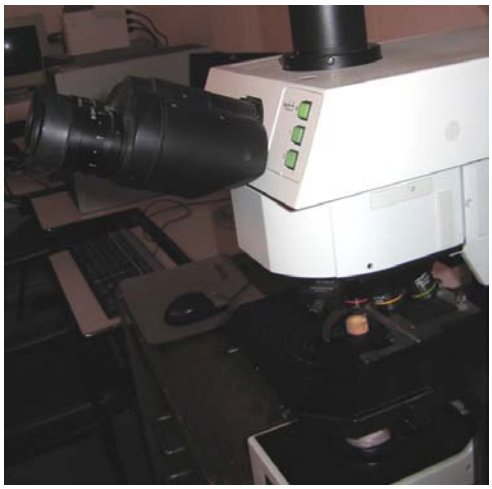

Figura 3. Análise de falhas ao microscópio óptico

4.3 ENSAIO MECÂNICO DE MICRO-CISALHAMENTO

Os corpos de prova, secos, foram fixados ao dispositivo da máquina universal de testes (EMIC DL10000 - São José dos Pinhais, PR, Brasil) de modo que os cilindros de cimento resinoso ficassem dispostos com seu longo eixo paralelo ao plano horizontal. Um fio metálico de 0,2 mm de diâmetro (Morelli - Sorocaba, SP, Brasil), colocado ao redor do cilindro de cimento resinoso mantendo contato com seu semicírculo inferior e com a superfície da cerâmica, foi conectado à garra superior da máquina de testes. Para elevar esta garra foi utilizada uma célula de carga de 5 Kgf que imprimiu força paralela à área adesiva de modo crescente, com velocidade de 1mm/min, até que ocorresse a fratura do espécime (Figura 4).

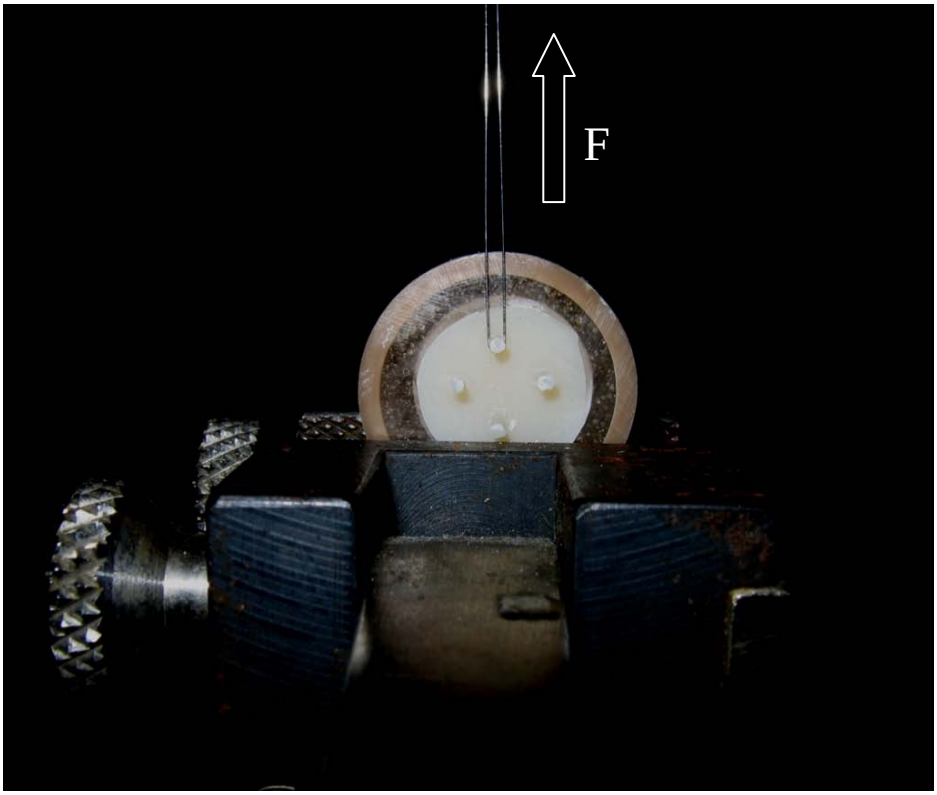

Figura 4. Corpo de prova conectado à máquina de testes com fio metálico laçando um espécime. A seta indica o sentido da aplicação da força (F).

A força registrada, em quilograma-força, no momento da fratura dos espécimes pelo programa acoplado à máquina de testes (TESC, versão 3.04), foi convertida para valores de tensão, em Mega Pascal (MPa), segundo a fórmula:

$$\tau = \frac{\text{Kgf x 9,8}}{\text{área}}$$

A área corresponde à superfície de contato entre a cerâmica e o cilindro resinoso. Esta área (0,5 mm^2) foi constante, já que todos os cilindros possuíam o mesmo raio (0,4 mm).

4.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Todas as amostras foram metalizadas por deposição de ouro, pelo método de plasma, durante 3 minutos (Ion Coater IC-50 – Shimadzu, Kyoto, Japão) e foram observados em MEV (SSX-550 Superscan – Shimadzu, Kyoto, Japão) para classificação do tipo de fratura ocorrido (Figuras 5, 6 e 7). Amostras adicionais, que receberam apenas os tratamentos de superfície pré-cimentação, foram metalizadas e levadas ao MEV para análise dos efeitos dos seis diferentes tipos de tratamento de superfície sobre a micro-estrutura da cerâmica (caracterização de superfície). A tensão de aceleração de elétrons utilizada foi de 20 quilovolts (kV).

Figura 5. Metalizadora Ion Coater IC-50.

Figura 6. Corpo de prova metalizado para análise do tipo de fratura.

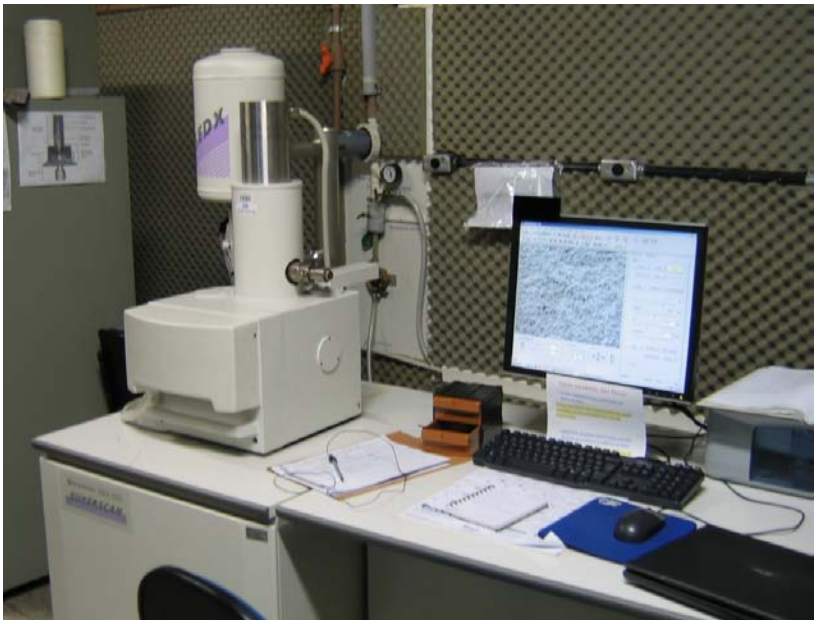

Figura 7. Microscópio Eletrônico de Varredura SSX 550 – Superscan.

Os tipos de fratura, esquematizados na figura 8, foram classificados em:

Tipo A – Fratura adesiva entre a cerâmica e o agente adesivo/cimento

Tipo B – Fratura coesiva do adesivo

Tipo C – Fratura coesiva da cerâmica

Tipo D – Fratura coesiva do cimento

Tipo E – Fratura mista: adesiva e coesiva da cerâmica

Tipo F – Fratura mista: adesiva e coesiva do cimento

Tipo G – Fratura mista: coesiva da cerâmica, adesiva e coesiva do cimento.

A área adesiva correspondente a cada espécime foi observada em aumentos maiores, de 100 a 2000x, para identificação dos materiais, e posteriormente em 50x, para classificação do tipo de fratura.

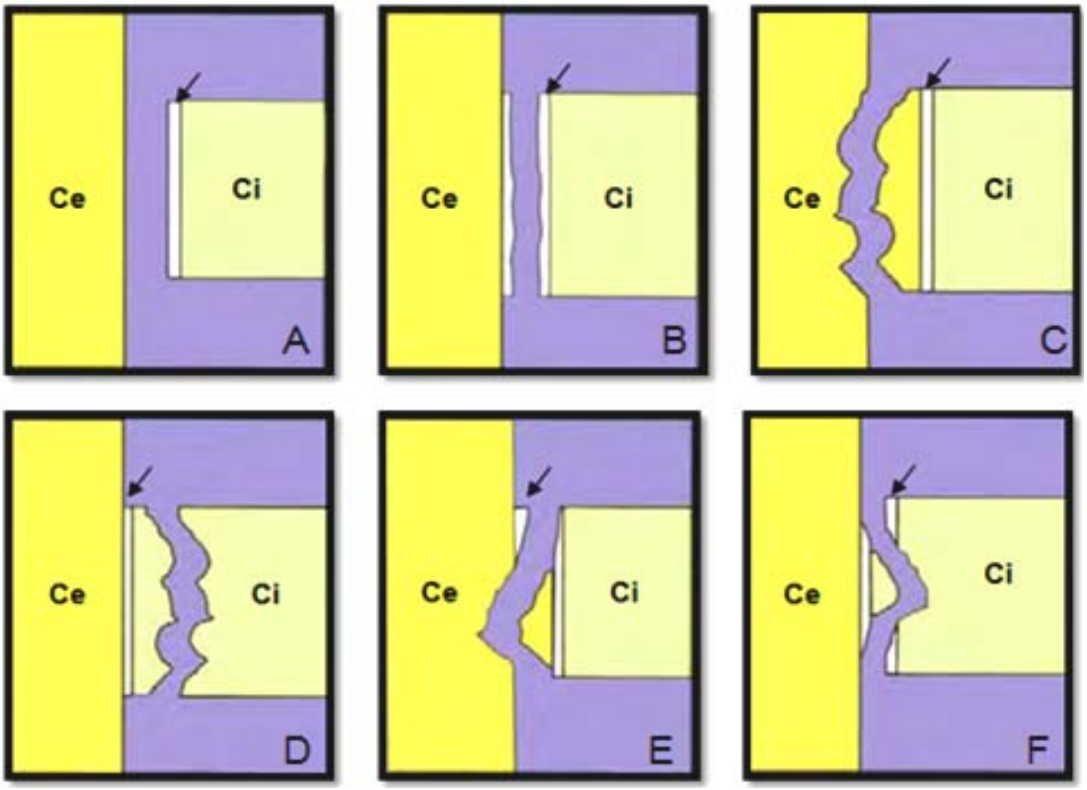

Figura 8. Desenho esquemático dos tipos de fratura. Ce= cerâmica, Ci= cimento e a seta indica o adesivo. O tipo de fratura G não está incluído neste desenho mas representa a combinação dos tipos E e F em um mesmo espécime. Nota: este desenho foi adaptado a partir do trabalho de Ariki (2009).

4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados obtidos nos testes de resistência de união ao micro-cisalhamento foram submetidos a análise de estatística, utilizando-se o pacote estatístico SPSS® versão 18.0.

5 RESULTADOS

5.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Na tabela 2 são expostos padrões ou comportamento do conjunto de dados usando técnicas estatísticas descritivas.

Tabela 2. Valores da estatística descritiva para as medidas de resistência (MPa) segundo os grupos.

Grupos	Resistência (MPa)					
	1º Quartil	2º Quartil (Mediana)	3º Quartil	Média	Desvio-Padrão	Coeficiente de variação (CV)
NT/EX/V2	15,131	16,850	21,185	17,356	5,776	0,33
NT/UC	8,584	17,029	21,462	15,379	6,386	0,42
NT/SB2/UC	8,506	13,671	22,559	15,184	7,146	0,47
J/EX/V2	21,697	26,187	30,576	25,933	4,852	0,19
J/UC	22,834	23,647	26,871	23,945	3,949	0,16
J/SB2/UC	27,773	29,458	31,595	29,658	1,872	0,06
HF/EX/V2	29,849	30,672	31,164	30,494	,897	0,03
HF/UC	24,911	27,498	29,537	27,386	2,985	0,11
HF/SB2/UC	23,461	25,019	26,675	24,735	2,507	0,10
JHF/EX/V2	22,696	24,325	26,164	24,463	3,613	0,15
JHF/UC	22,422	24,412	26,303	24,486	2,003	0,08
JHF/SB2/UC	23,716	26,430	28,694	26,326	2,727	0,10
HFP/EX/V2	37,808	38,965	41,808	39,114	2,700	0,07
HFP/UC	36,338	39,857	43,100	39,596	3,920	0,10
HFP/SB2/UC	36,573	41,760	43,922	41,195	5,442	0,13
JHFP/EX/V2	36,710	43,051	44,942	41,262	5,904	0,14
JHFP/UC	38,851	41,321	43,130	40,429	3,830	0,09
JHFP/SB2/UC	35,966	39,937	45,693	41,133	6,912	0,17

Foi utilizado o gráfico *"Box-Plot"* para observar o comportamento de todas as medições realizadas (Gráfico 1). Pode-se observar o centro dos dados, a dispersão dos dados, a distribuição dos dados e a presença ou não de *outliers*.

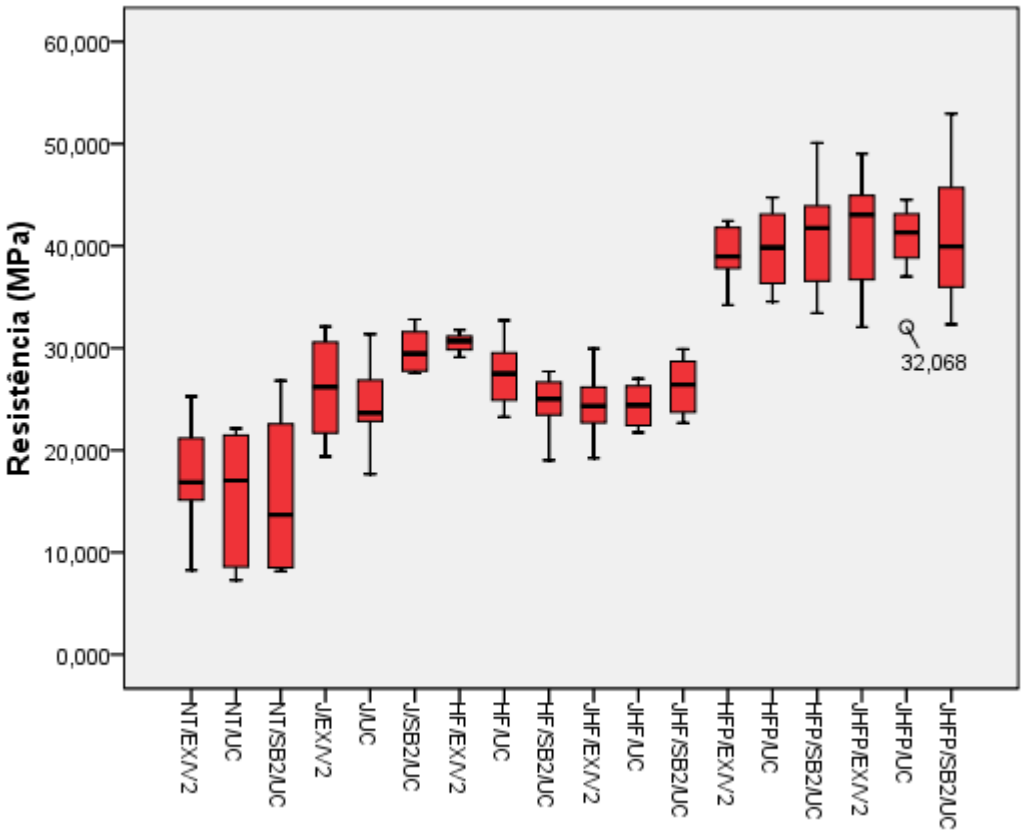

Gráfico 1. *Box-Plot* representativo da distribuição dos valores de resistência segundo os grupos.

Observa-se pelo gráfico acima que algumas distribuições são assimétricas.

A normalidade dos dados e homogeneidade da variância foram testadas com os testes de Shapiro-Wilk e Levene respectivamente. Como as hipóteses de normalidade e homogeneidade foram rejeitadas nesses testes, para se comparar a resistência entre os grupos utiliza-se o teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis. A hipótese a ser testada é que os grupos têm a mesma distribuição. Quando se tem um valor de $p<0,05$ esta hipótese é rejeitada, ou seja, pelo menos um dos fatores de variação testados é diferente dos demais. Os valores de medianas, e não de médias, são utilizados neste tipo de teste, pois as médias podem ser afetadas pelas assimetrias e *outliers*.

Foi constatada diferença estatisticamente significativa no teste Kruskal-Wallis, isto é, no mínimo uma das medidas difere das outras. Para verificar qual, ou quais, medidas diferem das demais, passou-se a comparação das medidas de dois a dois grupos, utilizando o teste não-paramétrico de Mann-Whitney (teste para duas amostras independentes). Este teste é uma alternativa não-paramétrica para o teste ***t***.

De acordo com os resultados do teste de Mann-Whitney, pode-se fazer a comparação dos valores de resistência para os fatores de variação testado, como mostram as tabelas 3, 4, 5 e 6.

Tabela 3 Comparação dos valores de resistência (MPa) obtidos com diferentes tratamentos de superfície de acordo com os sistemas de cimentação testados.

Tratamento de Superfície	**Sistema de cimentação**		
	EX/V2	UC	SB2/UC
NT	16,850[d]	17,029[d]	13,671[d]
J	26,187[c]	23,647[c]	29,458[b]
HF	30,672[b]	27,498[b]	25,019[c]
JHF	24,325[c]	24,412[c]	26,430[c]
HFP	38,965[a]	39,857[a]	41,760[a]
JHFP	43,051[a]	41,321[a]	39,937[a]

* Em uma mesma coluna, letras diferentes identificam valores estatisticamente diferentes ($p<0,05$).

Para o fator de variação “tratamento de superfície” pode-se observar que o tratamento NT forneceu a menor resistência de união e os tratamentos HFP e JHFP, iguais entre si ($p>0,05$), forneceram a maior resistência, independente do sistema de cimentação utilizado. Os valores de *p* gerados por comparação dos grupos com os seis tipos de tratamento estão descritos no Anexo C.

Para os sistemas de cimentação EX/V2 e UC, a resistência fornecida pelo tratamento HF foi maior que a fornecida pelos tratamentos JHF e J, que foram iguais entre si (p= 0,406).

Já para o sistema de cimentação SB2/UC, a resistência fornecida pelo tratamento J foi maior que a fornecida pelos tratamentos HF e JHF, que foram iguais entre si (p= 0,257).

O gráfico 2 ilustra a classificação dos tratamentos de superfície de acordo com cada sistema de cimentação.

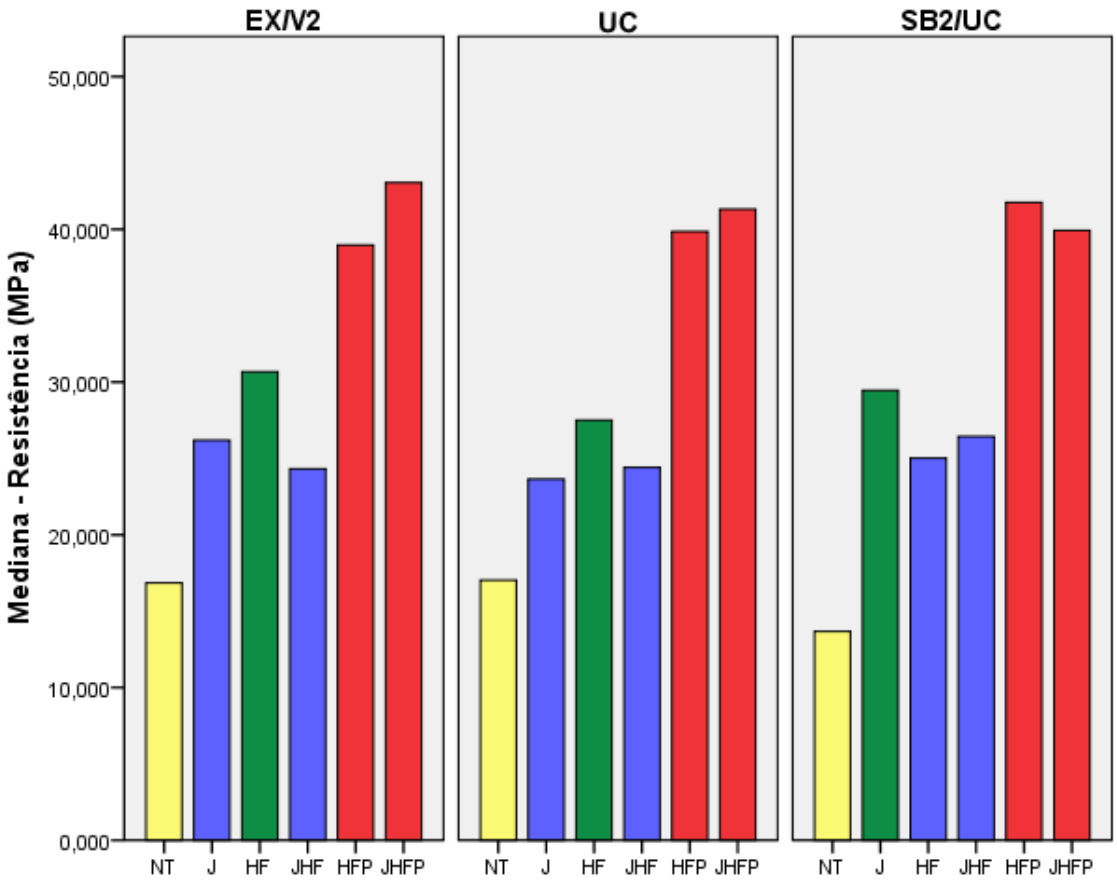

Gráfico 2. Classificação dos tratamentos de superfície para cada sistema de cimentação testado. Para o mesmo sistema de cimentação, cores diferentes identificam tratamentos com valores estatisticamente diferentes.

Tabela 4. Comparação entre o sistema de cimentação resinoso convencional (EX/V2) e o auto-adesivo (SB2/UC) de acordo com os tratamentos de superfície utilizados.

Tratamento de Superfície	Sistema de Cimentação	Medianas	p-valor
NT	EX/V2 SB2/UC	16,850 13,671	0,571
J	EX/V2 SB2/UC	26,187 29,458	0,130
HF	EX/V2 SB2/UC	30,672 25,019	0,000*
JHF	EX/V2 SB2/UC	24,325 26,430	0,307
HFP	EX/V2 SB2/UC	38,965 41,760	0,364
JHFP	EX/V2 SB2/UC	43,051 39,937	1,000

Tabela 5. Comparação entre o sistema de cimentação resinoso convencional (EX/V2) e o auto-adesivo (UC) de acordo com os tratamentos de superfície utilizados.

Tratamento de Superfície	Sistema de Cimentação	Medianas	p-valor
NT	EX/V2 UC	16,850 17,029	0,650
J	EX/V2 UC	26,187 23,647	0,406
HF	EX/V2 UC	30,672 27,498	0,010*
JHF	EX/V2 UC	24,325 24,412	0,940
HFP	EX/V2 UC	38,965 39,857	0,597
JHFP	EX/V2 UC	43,051 41,321	0,597

* diferença estatisticamente significativa ($p<0,05$).

Para o fator de variação “sistema de cimentação” pode-se observar que houve diferença entre os três sistemas apenas para o tratamento HF. Neste tipo de tratamento superficial a resistência de união fornecida pelo sistema EX/V2 foi maior que a dos sistemas UC e SB2/UC.

Tabela 6. Comparação dos valores de resistência (MPa) obtidos com o cimento auto-adesivo (UC) com ou sem a aplicação de adesivo, de acordo com os tratamentos de superfície testados.

Tratamento de Superfície	Aplicação de Adesivo	Medianas	p-valor
NT	Sim Não	13,671 17,029	0,821
J	Sim Não	29,458 23,647	0,001*
HF	Sim Não	25,019 27,498	0,070
JHF	Sim Não	26,430 24,412	0,104
HFP	Sim Não	41,760 39,857	0,650
JHFP	Sim Não	39,937 41,321	0,940

* diferença estatisticamente significativa (p<0,05).

Para o fator de variação “aplicação de adesivo” pode-se observar que a aplicação ou não de adesivo resultou em valores iguais de resistência quando os tratamentos superficiais foram NT (p=0,821), HF (p= 0,07), JHF (p=0,104), HFP (p=0,650) e JHFP (p=0,940). Apenas para o tratamento de superfície J, o grupo com aplicação de adesivo teve resistência maior que o grupo sem aplicação de adesivo.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE

Amostras cerâmicas adicionais passaram por cada tipo de tratamento de superfície e foram metalizadas para que as alterações morfológicas da micro-estrutura da cerâmica pudessem ser observadas ao MEV. A seguir estão dispostas as fotomicrografias referentes a cada tipo de tratamento.

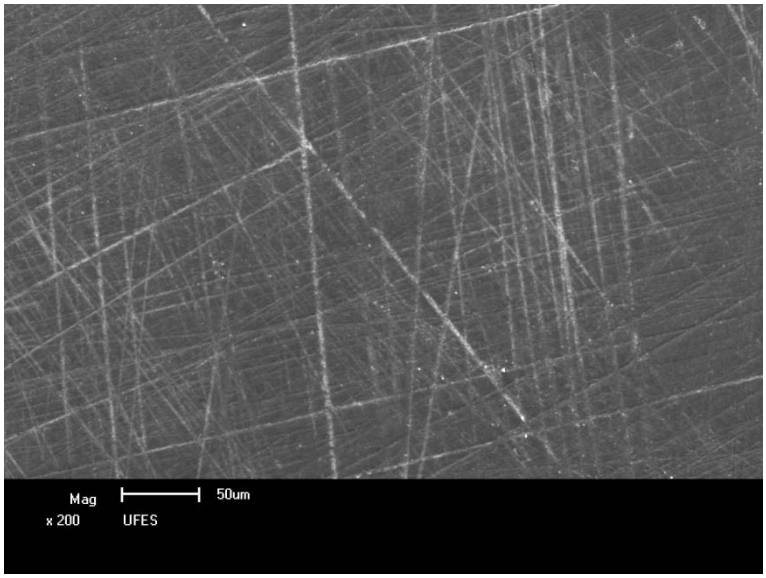

Figura 9. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento NT (nenhum tratamento adicional).

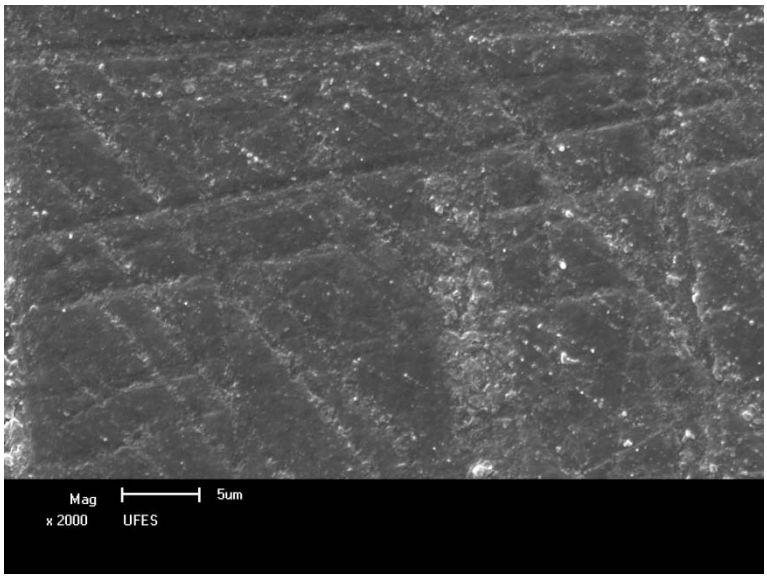

Figura 10. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento NT (nenhum tratamento adicional).

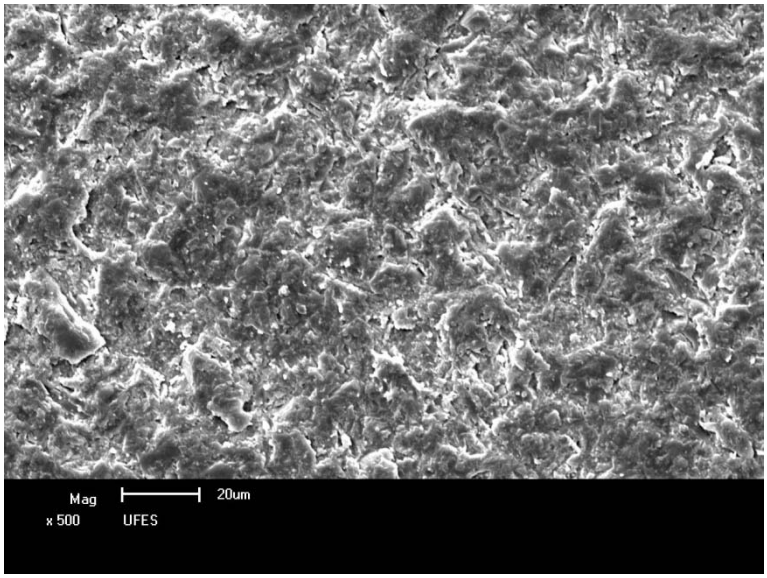

Figura 11. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento J (jato de óxido de alumínio). Observar irregularidades superficiais.

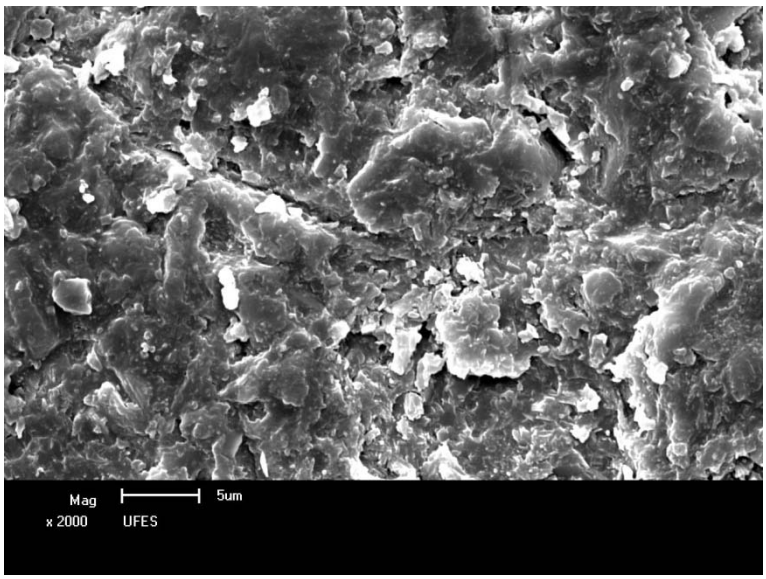

Figura 12. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento J (jato de óxido de alumínio). Observar irregularidades superficiais rasas.

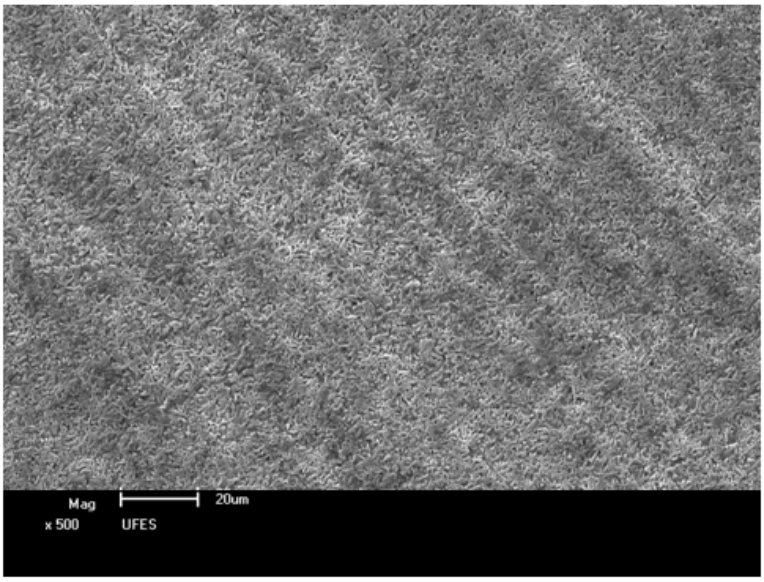

Figura 13. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HF (ácido fluorídrico a 10%). Observar irregularidades superficiais

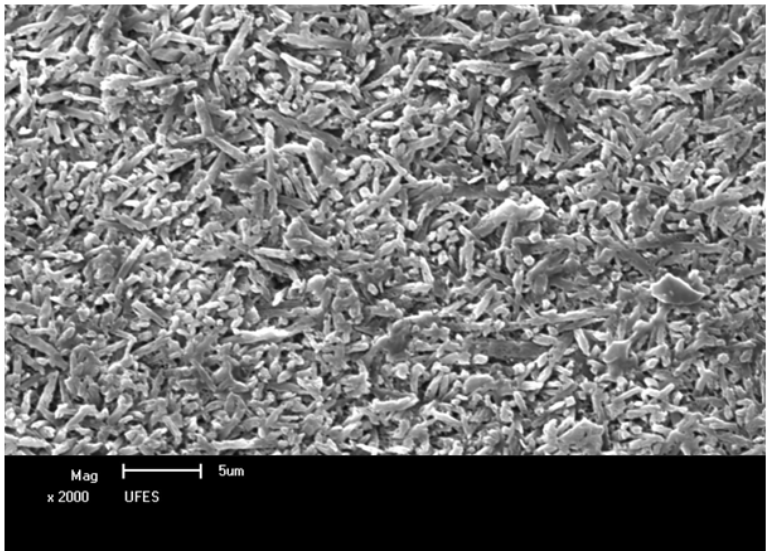

Figura 14. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HF (ácido fluorídrico a 10%). Observar irregularidades superficiais com a presença de resíduos entre os cristais de dissilicato de lítio.

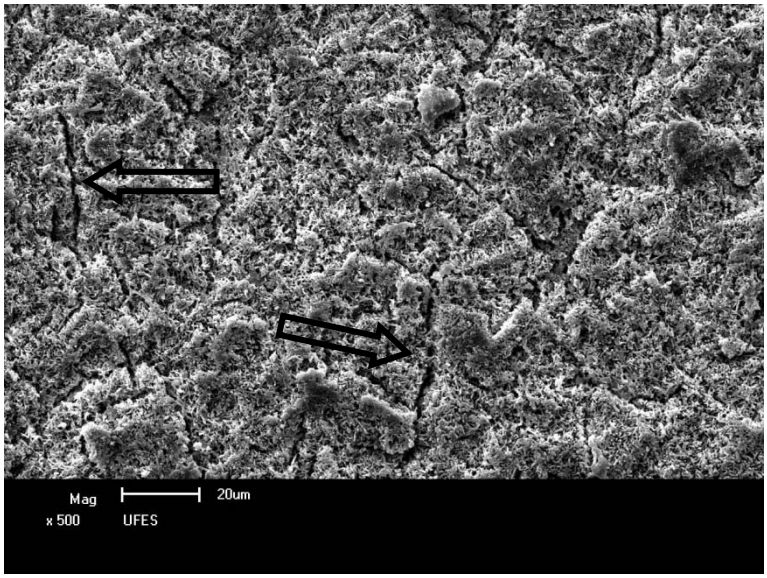

Figura 15. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHF (jato de óxido de alumínio seguido de ácido fluorídrico a 10%). Observar irregularidades em maior e menor escala, e a presença de sulcos (setas).

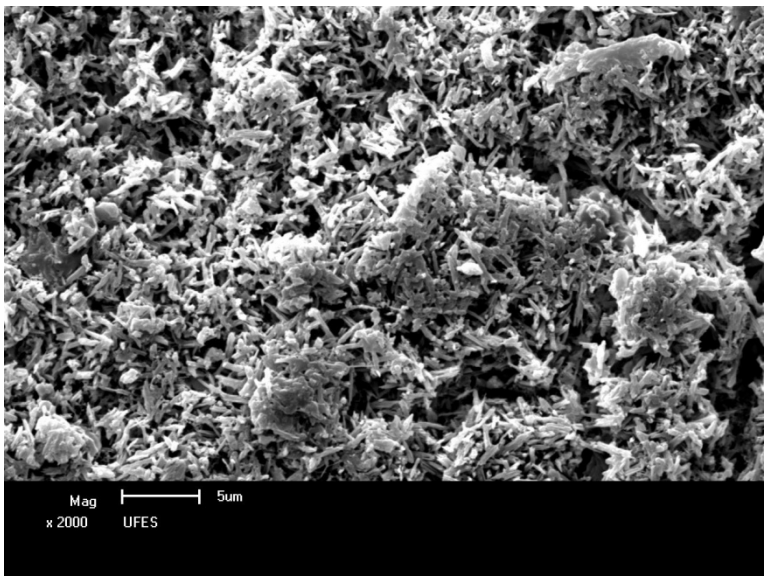

Figura 16. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHF (jato de óxido de alumínio seguido por ácido fluorídrico a 10%). Observar irregularidades em maior e menor escala e a presença de resíduos.

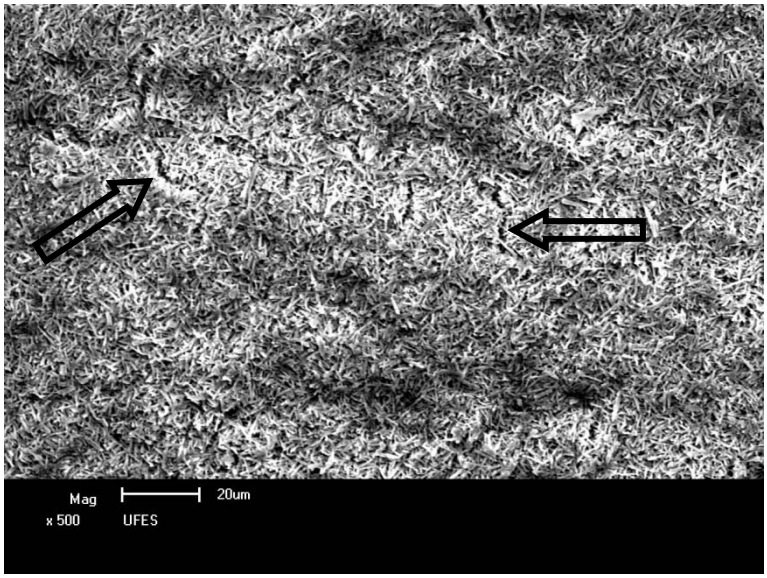

Figura 17. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HFP (ácido fluorídrico a 10% e limpeza com ácido fosfórico a 37%). Observar irregularidades superficiais com a presença de sulcos (setas).

Figura 18. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento HFP (ácido fluorídrico a 10% e limpeza com ácido fosfórico a 37%). Observar irregularidades superficiais com a presença de cristais de dissilicato de lítio e apenas poucos resíduos.

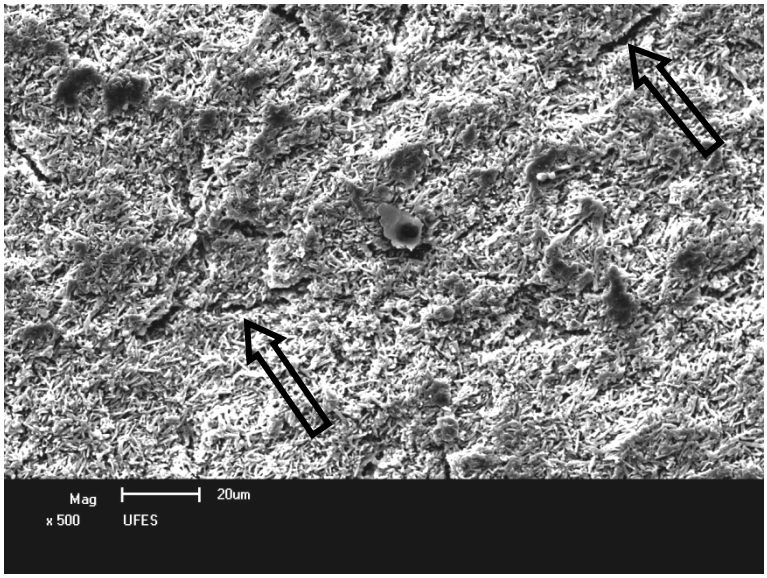

Figura 19. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHFP (jato de óxido de alumínio, ácido fluorídrico a 10% e limpeza com ácido fosfórico a 37%). Observar irregularidades em maior e menor escala e a presença de sulcos (setas).

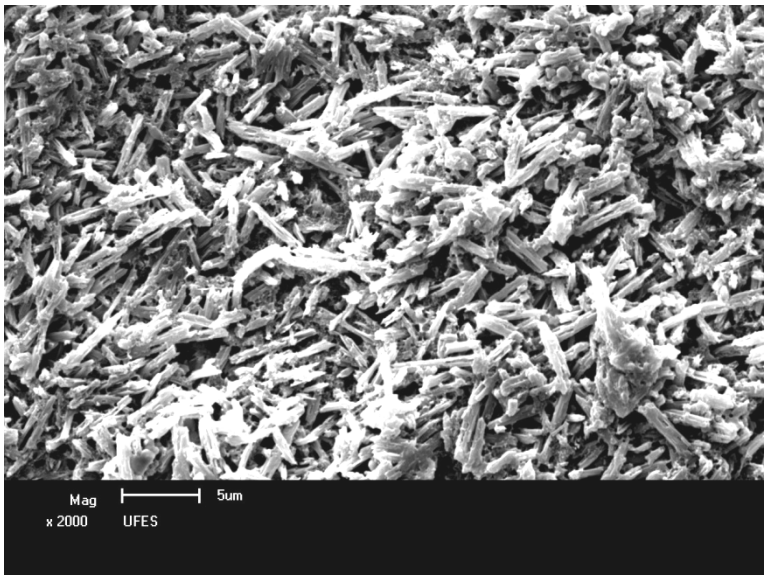

Figura 20. Fotomicrografia da cerâmica com o tratamento JHFP (jato, ácido fluorídrico e limpeza com ácido fosfórico). Observar irregularidades com a presença de cristais de dissilicato de lítio e apenas poucos resíduos.

O jato de óxido de alumínio foi capaz de causar alterações morfológicas na superfície da cerâmica causando irregularidades rasas (Figuras 11 e 12). No entanto, a malha entrelaçada de cristais de dissilicato de lítio pode ser observada apenas quando o HF foi aplicado sobre a superfície (Figuras 13 e 14).

Nas fotomicrografias das amostras que receberam a limpeza com ácido fosfórico após a aplicação do HF pode-se observar, com maior nitidez, os cristais alongados de dissilicato de lítio e também a presença de sulcos (Figura 15 e 16). Onde não foi realizada a limpeza com ácido fosfórico, pode-se observar maior quantidade de resíduos sobre a superfície (Figura 13 e 14).

Quando o jato precedeu o condicionamento com HF, a superficie cerâmica apresentou irregularidades em maior escala, devido ao jato, e em menor escala, devido ao condicionamento ácido (Figuras 17 e 18).

5.3 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA

Todas as amostras cerâmicas foram analisadas ao MEV para classificação do tipo de fratura. A distribuição dos tipos de fratura está descrita no Gráfico 3. Nenhuma fratura coesiva estritamente do cimento ou da cerâmica, tipos C e D, pôde ser observada. Os grupos com tratamento NT que não receberam condicionamento ácido ou jato, apresentaram uma maioria de fraturas adesivas. Já os grupos que receberam jato e/ou condicionamento, apresentaram quantidade mais expressiva de fraturas mistas e coesivas do adesivo.

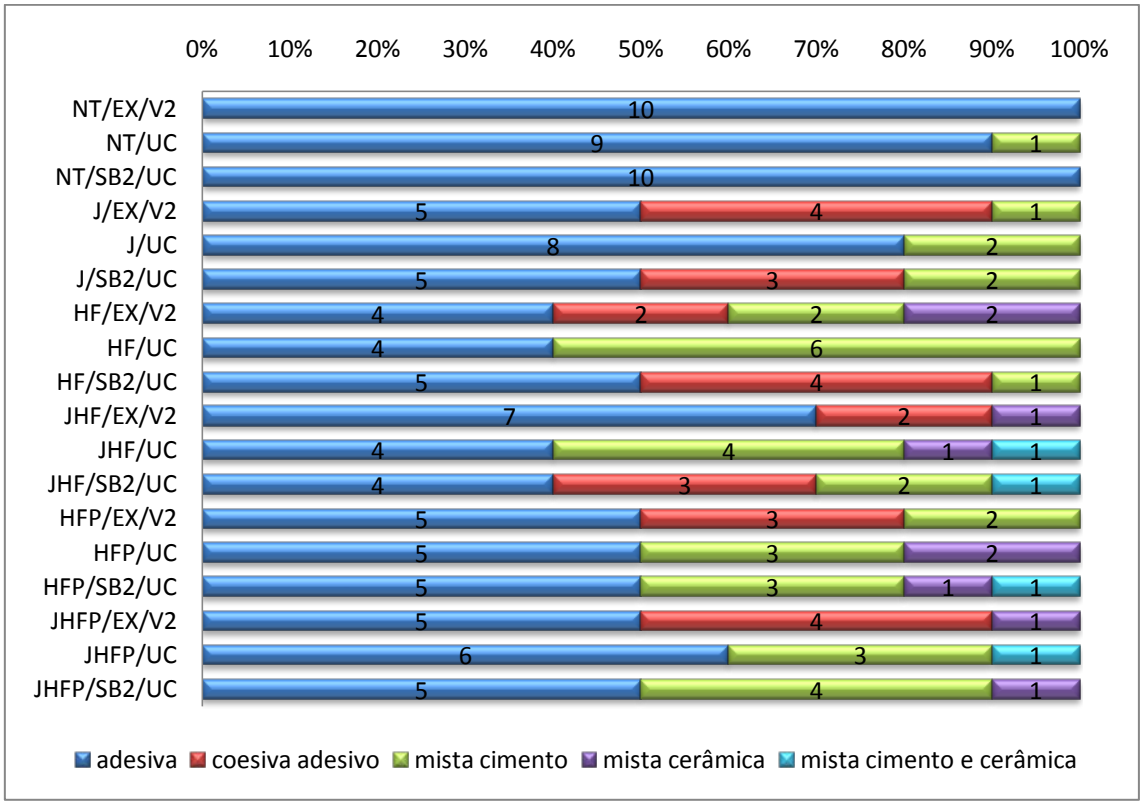

Gráfico 3. Distribuição dos tipos de fratura segundo os grupos.

Fotomicrografias de espécimes fraturados estão dispostas a seguir para exemplificar os tipos de fratura encontrados:

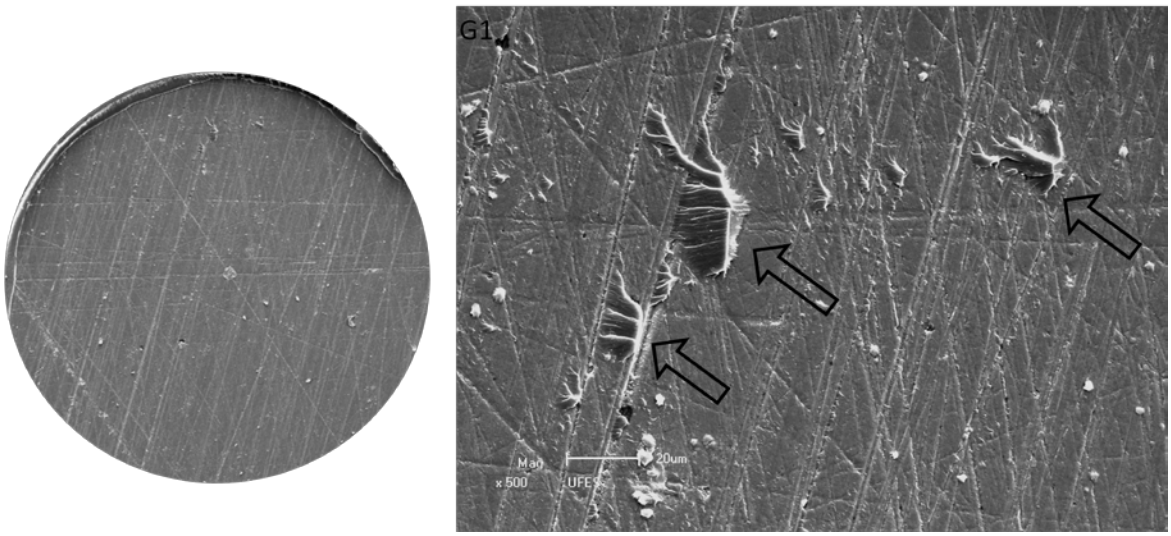

Figura 21. Fratura adesiva, tipo A.
Imagem da esquerda com aumento de 50x e da direita com 500x. Fotomicrografia do grupo1 (NT/EX/V2). As setas vermelhas indicam pequenos resquícios de adesivo.

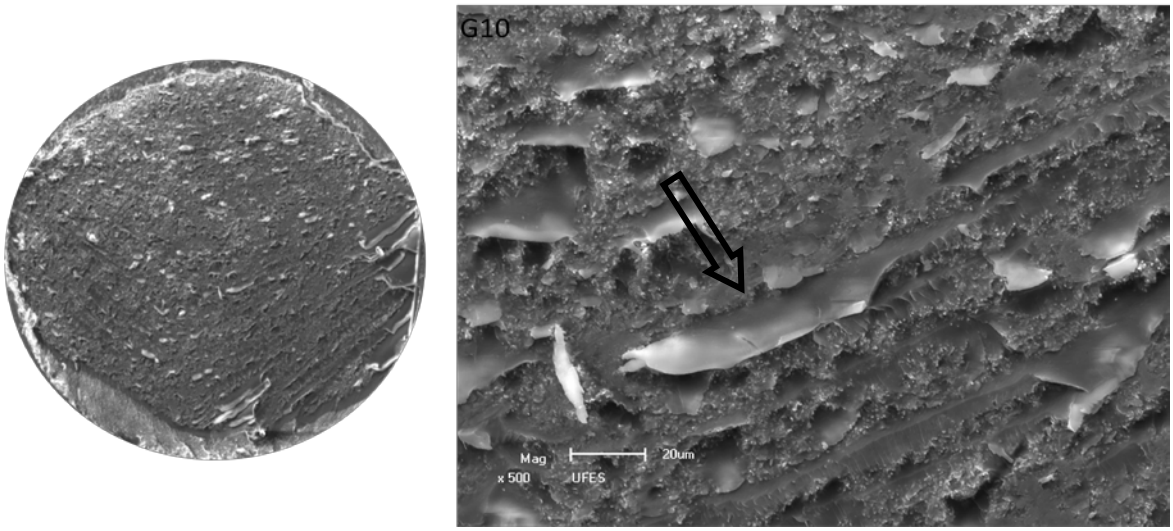

Figura 22. Fratura coesiva do adesivo, tipo B.
Imagem da esquerda com aumento de 50x e da direita 500x. Fotomicrografia do grupo 10 (JHF/EX/V2). Observar restos de adesivo aprisionados na cerâmica (seta).

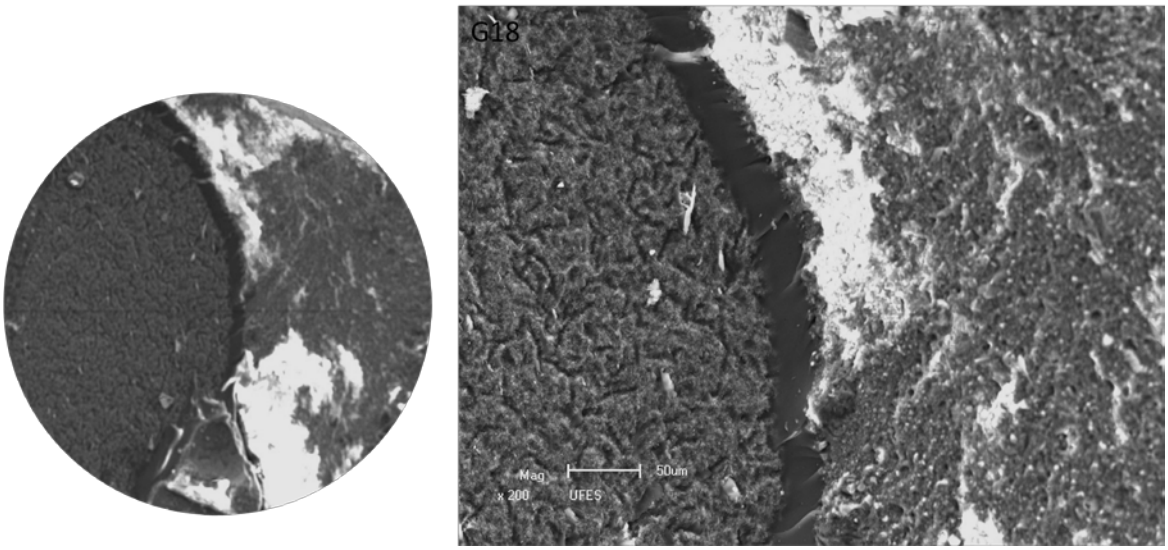

Figura 23. Fratura mista com coesiva do cimento, tipo F.
Imagem da esquerda com aumento de 50x e da direita 200x. Fotomicrografia do grupo18 (JHFP/SB2/UC). Observar cimento no lado direito das imagens.

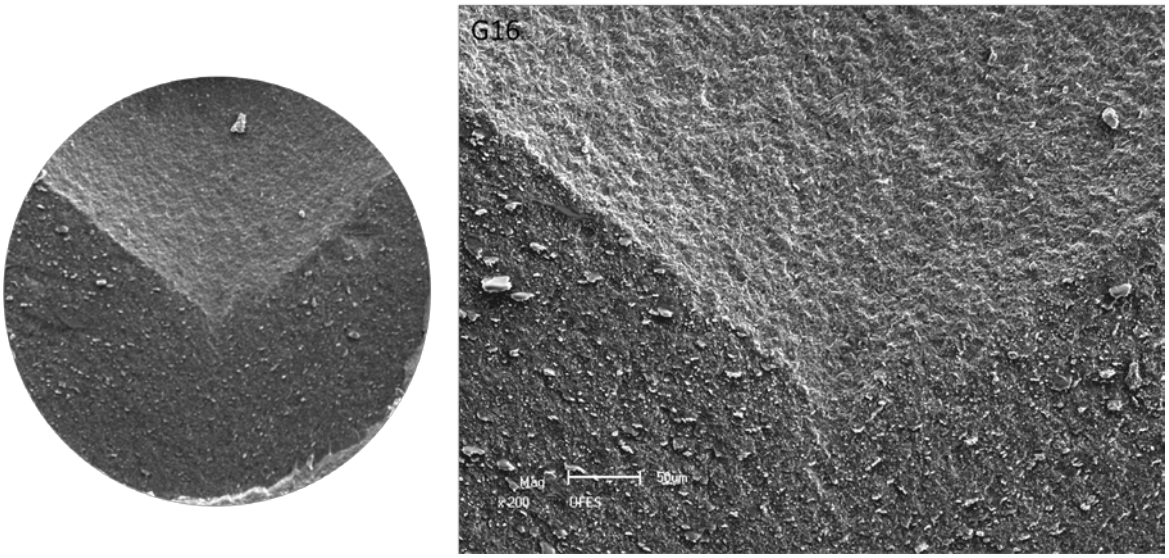

Figura 24. Fratura mista com coesiva da cerâmica, tipo E.
Imagem da esquerda com aumento de 50x e da direita 200x. Fotomicrografia do grupo 16 (JHFP/EX/V2). Observar fratura coesiva da cerâmica em forma de “v” na parte superior das imagens.

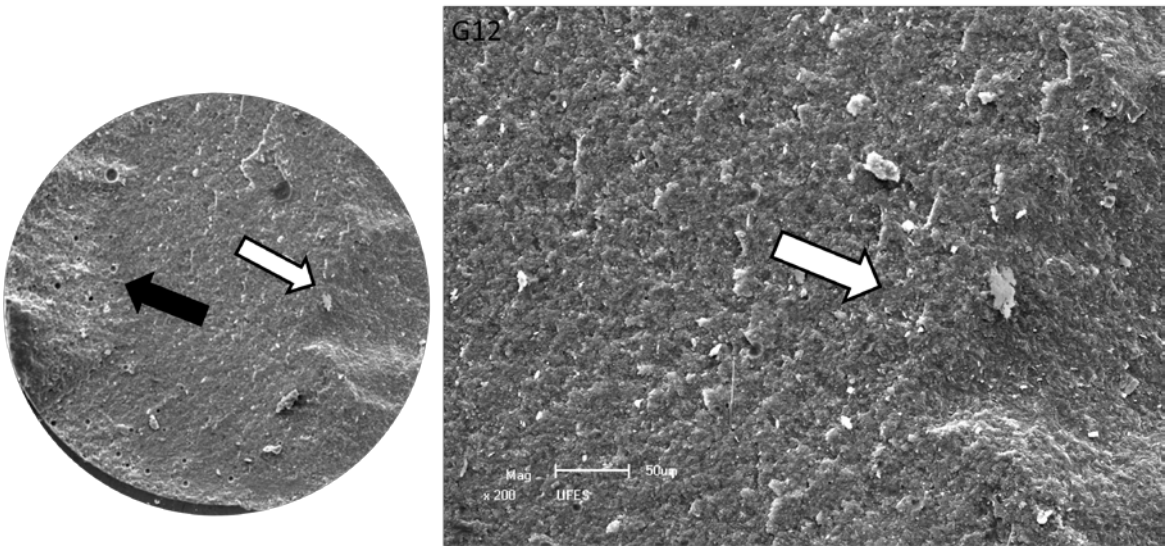

Figura 25. Fratura mista com coesiva de cimento e cerâmica, tipo G.
Imagem da esquerda com aumento de 50x e da direita 200x. Fotomicrografia do grupo 12 (JHF/SB2/UC). A seta preta indica fratura do cimento e seta branca indica fratura da cerâmica.

6 DISCUSSÃO numeração de páginas

Para um melhor entendimento esta seção será disposta em tópicos:

6.1 METODOLOGIA DO ESTUDO

A remoção do revestimento refratário dos discos cerâmicos após a prensagem é feita por jato de esferas de vidro de 50µm, o que pode aumentar o potencial retentivo da superfície cerâmica. No presente estudo, para gerar aplainamento e padronização das superfícies, todas as amostras foram regularizadas com lixas até a granulação 600, o que contrasta com a real situação da superfície interna de uma peça protética. Entretanto, no estudo de Brum (2009), não houve diferença entre a resistência de união dos discos cerâmicos do modo como foram recebidos do laboratório ou após serem regularizados com lixa, o que sugere que a regularização com lixa não tem potencial de modificar a resistência de união em relação à superfície cerâmica da forma como foi entregue pelo laboratório.

Para a confecção dos cilindros de cimento resinoso sobre a cerâmica foi utilizada a metodologia descrita por Belli et al. (2010). Assim, não foi feita a delimitação do agente adesivo à área de adesão, ou seja, a camada de adesivo se estendeu além dos 0,5 mm^2 correspondentes ao lúmen do tubo plástico. Segundo Van Noort et al. (1991) esse excesso de adesivo poderia gerar maiores valores de resistência de união. Apesar de não ter sido o objetivo principal deste trabalho, pode-se perceber que não houve diferença de resistência entre os grupos que receberam e os que não receberam aplicação de adesivo antes do cimento UC, para a maioria dos tratamentos de superfície. Este fato sugere que o adesivo não influencia na resistência de união, ao contrário dos achados de Van Noort et al. (1991).

Além disso, o tubo plástico foi preenchido com cimento antes de ser posicionado sobre a superfície cerâmica. Isso causou o escoamento de cimento por baixo desse tubo em alguns espécimes, formando uma lâmina de cimento ao redor dos cilindros, o que também poderia influenciar os valores de resistência. No entanto, esta técnica de confecção dos espécimes foi utilizada por ser a que causou menor incorporação de bolhas à área adesiva durante a calibração metodológica. Após o teste de micro-cisalhamento, que causou a fratura dos espécimes, tanto a lâmina de cimento

quanto o excesso de adesivo permaneceram aderidos à superfície cerâmica, assim como nos relatos de Belli et al. (2010), sugerindo que esses excessos não foram somados à área de adesão testada.

Segundo Armstrong et al. (2010) e Scherrer, Cesar e Swain (2010) ainda há falta de padronização dos protocolos dos testes de resistência de união e da interpretação dos resultados, principalmente quanto à classificação dos tipos de fratura.

As fraturas mistas ocorrem devido a não-linearidade da força distribuída na interface de adesão durante o teste de resistência (PLÁCIDO et al., 2007). Apesar do maior potencial de não-linearidade de forças, o teste de micro-cisalhamento, quando comparado ao teste de micro-tração tradicional, não requer tantos passos para a confecção dos espécimes, o que reduz a chance de introduzir tensões e falhas pré-teste e oferece maior facilidade e agilidade para a realização do estudo (ARMSTRONG et al., 2010). Além disso, os resultados obtidos com um ou outro teste de resistência de união parecem não diferir em relação à classificação de materiais ou metodologias pesquisados (PEKKAN; HEKIMOGLU, 2009). Esses motivos contribuíram para que o teste de micro-cisalhamento fosse utilizado no presente estudo.

Outros estudos de micro-cisalhamento foram utilizados como base para o desenho experimental do presente estudo (SHIMADA; YAMAGUSHI; TAGAMI, 2002; PANAH; REZAI; AHMADIAN, 2008; MENG; YOSHIDA; ASTUTA, 2008; TORRES et al., 2009). A metodologia de tratamento de superfície utilizada foi semelhante àquela descrita por vários autores para a cerâmica E2 (SPOHR et al., 2003; SÁLVIO et al., 2007; KIYAN et al., 2007; PINTO, 2009; BRUM, 2009; SANTOS Jr.; RIZKALLA, 2009).

Segundo Mair e Padipatvuthikul (2010), as restaurações *in vivo* falham devido a cargas repetidas (fadiga), e não a uma carga monocíclica, como foi realizada no presente estudo. Estudos laboratoriais que utilizam o envelhecimento dos espécimes mostram que a resistência de união é afetada negativamente quanto maior for o tempo de armazenagem e o número de ciclos térmicos e/ou mecânicos a que os espécimes forem submetidos (OZCAN; VALLITTU, 2003; NAGAI et al., 2005; SÁLVIO et al., 2007; KUMBULOGLU et al., 2005). Porém, os micro-espécimes são extremamente sensíveis às técnicas de envelhecimento térmico/mecânico e

poderiam falhar antes mesmo de serem levados a teste (MAIR; PADIPATVUTHIKUL, 2010), motivo pelo qual se optou pela não realização dessas técnicas. Portanto, os resultados do presente estudo limitam-se a apresentar a classificação dos valores de resistência de união após um curto período de sobrevida da área de adesão sem a introdução de tensão adicional física ou mecânica.

Scherrer, Cesar e Swain (2010), sugerem que as fraturas mistas deveriam ser excluídas dos resultados dos estudos de resistência de união por não fornecerem valores reais da área de adesão. No presente estudo essa exclusão não foi realizada, por entender que esse tipo de fratura é inerente ao tipo de teste utilizado. Adicionalmente, nenhuma fratura coesiva estritamente da cerâmica ou do cimento foi encontrada, o que sugere boa adequação metodológica (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY JR., 2006; MEYER FILHO et al., 2004, NAGAI et al., 2005).

Segundo Marshall et al. (2010) deve-se preferir a microscopia eletrônica de varredura do que a microscopia óptica para identificação das fases contidas na fratura. Por esse motivo, no presente estudo, todas as superfícies fraturadas foram observadas em diversas ampliações, ao MEV, para a interpretação visual e classificação do tipo de fratura.

6.2 EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DA CERÂMICA

Quando o adesivo ou cimento resinoso é aplicado sobre uma superfície limpa e cheia de irregularidades, com alta energia de superfície, o ângulo de contato entre sólido e líquido é reduzido, favorecendo a penetração do líquido, o que faz aumentar o trabalho de adesão (JARDEL et al., 1999; DELLA BONA; SHEN; ANUSAVICE, 2004).

No presente estudo, o tratamento HF resultou em maior resistência de união quando comparado ao tratamento NT. Este resultado pode ser explicado pela capacidade de o HF dissolver seletivamente a porção superficial da matriz vítrea da cerâmica deixando exposta uma trama de cristais de dissilicato de lítio (Figuras 13 e 14, p. 66), que favorece o embricamento e aprisionamento do adesivo/cimento resinoso (STANGEL; NATHANSON; HSU, 1987; SÁLVIO et al., 2007; AYAD; FAHMY;

ROSENSTIEL, 2008; TORRES et al., 2009). O tratamento J também foi capaz de criar irregularidades superficiais (Figuras 11 e 12, p. 65), o que também resultou em maior resistência de união que o tratamento NT.

Segundo Ozcan e Vallittu (2003), Borges et al. (2003), Saraçoglu, Cura e Çötert (2004), Brum (2009) e Torres et al. (2009) o tratamento HF fornece maior resistência de união que o tratamento J, o que, no presente estudo, foi observado para os sistema de cimentação EX/V2 e UC (Tabela 3, p. 60). Para todos os sistemas de cimentação testados, a resistência com os tratamentos J e HF diferiram. Para o sistema de cimentação SB2/UC, ao contrário do que ocorreu para os outros dois sistemas de cimentação, o tratamento J forneceu maior resistência de união que os tratamentos HF e JHF. Este resultado pode sugerir que o adesivo SB2 tenha uma interação negativa com superfícies tratadas com ácido fluorídrico e sem a remoção de resíduos.

Segundo Saraçoglu, Cura e Çötert (2004) e Torres et al. (2009), em estudos com estocagem em água em longo prazo e termo-ciclagem o processo de degradação hidrolítica sofrido durante este período é mais crítico para as amostras que foram tratadas com jato do que para as amostras que receberam condicionamento com HF, uma vez que as irregularidades criadas pelo ácido são mais profundas. Desta forma ocorre maior entrelaçamento entre o adesivo/cimento e a superfície cerâmica, o que torna a área de adesão mais protegida deste processo de degradação. Este efeito não foi observado para o sistema de cimentação SB2/UC provavelmente devido ao curto tempo de estocagem empregado e por não ter sido feita a termo-ciclagem no presente estudo.

Nos estudos de Kim et al. (2005), Kiyan et al. (2007) e Panah, Rezai e Ahmadian (2008) a resistência de união aumentou com a conjugação de jato e condicionamento com HF na mesma amostra. No presente estudo, ao contrário, esta conjugação (JHF) não resultou em aumento de resistência em relação os tratamentos J e HF separados, apesar de um padrão de “irregularidades dentro de irregularidades”, o que poderia aumentar a área disponível para adesão, ter sido observado para o tratamento JHF (Figuras 15 e 16, p. 67).

A reação química que ocorre entre a matriz vítrea da cerâmica E2 e o HF durante o condicionamento ácido resulta em uma superfície contaminada por resíduos, o que

poderia reduzir a resistência de união entre cimento e cerâmica. A aplicação de ácido fosfórico posterior ao HF é feita com a intenção de limpar estes resíduos e facilitar a penetração do adesivo/cimento nas irregularidades das cerâmicas (MAGNE; CASCIONE, 2006).

No presente estudo foi possível observar ganho em resistência de união à cerâmica E2 quando foi feita a limpeza com ácido fosfórico após o tratamento com HF. Este dado é contrário ao que foi observado, para a cerâmica E2, por Belli et al. (2010). No entanto, está de acordo com os achados de Magne e Cascione (2006), que testaram a mesma situação para a cerâmica E1. Apesar da utilização da mesma cerâmica (E2), a diferença entre os resultados do presente estudo e os resultados de Belli et al. (2010), pode ter ocorrido em função de os sistemas de cimentação testados terem sido diferentes. Além disso, no estudo de Belli et al. (2010) foi aplicado o teste de micro-tração e, no presente estudo, foi aplicado o teste de micro-cisalhamento, o que também pode ter contribuído para a disparidade entre os resultados.

Comparando-se as fotomicrografias de HF e HFP (Figura 14, p. 66 e Figura 18, p. 68) pode-se perceber que o ácido fosfórico foi capaz de remover grande parte dos resíduos, desobstruindo as irregularidades e deixando a visualização dos cristais de dissilicato de lítio mais nítida. Ainda assim sabe-se que o ácido fosfórico tem função apenas de limpeza e não pode substituir o HF com a intenção de criar áreas de retenção micro-mecânica (SARAÇOGLU; CURA; ÇÖTERT, 2004; NAGAI et al., 2005; AYAD; FAHMY; ROSENSTIEL, 2008).

Como os maiores valores de resistência de união foram obtidos com os tratamentos HFP e JHFP para os três sistemas de cimentação (Tabela 3, p. 60) e, considerando a perda volumétrica que o jato pode causar à cerâmica (KERN; THOMPSON, 1994; ALBAKRY; GUAZZATO; SWAIN, 2004), sugere-se que o tratamento HFP deve ser escolhido em detrimento dos demais tratamentos de superfície testados no presente estudo. O tempo de exposição ao HF a 10% parece ter sido suficiente para gerar retenções micro-mecânicas e aumentar a resistência de união aos sistemas de cimentação testados. Adicionalmente, segundo LUO et al. (2001) esse tempo de aplicação e essa concentração de HF não representa risco de deterioração demasiada da cerâmica E2.

Além do aumento da retenção mecânica causada por J e/ou HF, a aplicação do silano, embora não tenha sido explorada como fator de variação, provavelmente colaborou para aumentar a resistência de união, por ser capaz de criar ligações químicas tanto com a sílica presente na superfície da cerâmica, quanto com a porção orgânica do cimento ou adesivo utilizado (STANGEL; NATHANSON; HSU, 1987; SHIMADA; YAMAGUCHI; TAGAMI, 2002; SPOHR et al., 2003; NAGAI, et al., 2005; DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY Jr., 2003, 2006; PANAH; REZAI; AHMADIAN, 2008).

Porém, somente a aplicação de silano sem um tratamento de superfície prévio, parece não ser capaz de gerar resistência de união confiável, já que os grupos que receberam apenas silano (NT), como pode ser observado na Tabela 2, tiveram os menores valores de resistência de união e altos valores de desvio padrão, assim como nos trabalhos de Brum, (2009), Della Bona, Anusavice e Mecholsky Jr. (2003 e 2006).

No presente estudo, o tipo de fratura dos grupos que não receberam tratamento de superfície (NT) foi predominantemente adesivo (Gráfico 3 e Figura 21, p. 71), o que sugere uma baixa capacidade de retenção do cimento à superfície cerâmica. Já nos grupos que receberam algum tratamento de superfície a fratura mista foi mais presente que nos grupos NT (Gráfico 3, p. 71, Figura 23, p. 72 e Figuras 24 e 25, p. 73). Desta forma, parece haver uma relação entre fraturas mistas e maiores valores de resistência de união, como já observado por outros autores (SHIMADA; YAMAGUCHI; TAGAMI, 2002, MEYER FILHO et al., 2004; PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN; 2004; NAGAI et al., 2005; KUMBULOGLU et al., 2005).

6.3 EFEITO DO SISTEMA DE CIMENTAÇÃO

É importante ressaltar que quando um cimento auto-adesivo é utilizado, o condicionamento ácido não é necessário somente no tecido dentário. A superfície interna da restauração de cerâmica vítrea deve sim ser tratada antes da cimentação, assim como consta atualmente nas instruções de uso fornecidas pelo fabricante do cimento UC. Porém, estas instruções perecem ter sofrido alterações já que Kumbuloglu et al., no ano de 2005, seguindo as recomendações do fabricante do cimento RelyX Unicem, não realizaram o tratamento com HF ou a aplicação de

silano sobre a superfície da cerâmica E2 e encontraram, por isso, baixos valores de resistência de união para este cimento, em relação aos outros cimentos por eles testados.

O cimento resinoso convencional V2, por estar disponível há mais tempo com opção de agente de cimentação, abrange grande parte dos estudos que testaram a resistência da interface adesiva. No presente estudo, este cimento foi utilizado associado a um adesivo do mesmo fabricante, como base de comparação da resistência de união a um sistema de cimentação auto-adesivo recentemente lançado.

No presente estudo não houve diferença de resistência de união em relação ao tipo de sistema de cimentação utilizado (resinoso convencional ou auto-adesivo) para a maioria dos tratamentos superficiais testados, corroborando com os achados de outros autores para estudos laboratoriais (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2004; PISANI-PROENÇA et al., 2006; RADOVIC et al., 2008) e com os achados de Taschner et al. (2009), que realizaram uma comparação clínica do desempenho destes cimentos. Os sistemas de cimentação SB2/UC e UC apresentaram resistência de união menor que a do sistema de cimentação convencional EX/V2 apenas com o tratamento HF (Tabela 4 e 5, p. 62), concordando com os achados de Pinto (2009). Esta diferença de resistência entre os sistemas de cimentação pode estar relacionada a uma possível melhor molhabilidade do adesivo EX em relação ao adesivo SB2 e ao cimento UC, tendo assim maior capacidade de penetrar a camada de resíduos presente na cerâmica com o tratamento HF.

6.4 EFEITO DA APLICAÇÃO DE ADESIVO

Após a aplicação de silano, a aplicação de uma camada de adesivo sobre a superfície cerâmica era usualmente recomendada devido a sua menor viscosidade, comparada ao cimento resinoso, e maior facilidade de penetração nas irregularidades criadas pelo tratamento de superfície (EL ZOHAIRY et al., 2004; REICH et al., 2005).

No presente estudo, a aplicação de adesivo foi testada somente para o cimento UC. Este procedimento influenciou positivamente apenas os espécimes que receberam o tratamento J. Resultados semelhantes foram observados por Stangel, Nathanson e

Hsu (1987) que encontraram aumento de resistência de união com a aplicação de adesivo apenas quando o condicionamento com HF não havia sido realizado, embora tivessem utilizado um sistema de cimentação convencional. Para os demais tipos de tratamento de superfície, a presença ou ausência de adesivo não determinou diferença na resistência de união (Tabela 6, p. 63), estando de acordo com os achados de Meng et al. (2008) e Passos et al. (2008), que testaram a união entre cerâmica e um sistema de cimentação resinoso convencional, e Aida et al. (2008), que testaram a união entre cerâmica e resina composta. Nesses estudos, o adesivo, além de não ter contribuído para aumentar a resistência de união, gerou um efeito negativo sobre a durabilidade da adesão. Além disso, Passo et al. (2008) sugerem que o adesivo, por aumentar clinicamente a espessura da linha de cimentação, pode influenciar negativamente a degradação e descoloração marginal.

O fato de a aplicação de adesivo não ter aumentado a resistência de união entre a cerâmica e o cimento UC, para a maioria dos tratamentos de superfície, pode sugerir que este cimento tem viscosidade favorável para sua penetração nas irregularidades da cerâmica tratada sem a necessidade da aplicação anterior de uma agente adesivo.

6.5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base nos resultados encontrados no presente estudo, sugere-se que a cerâmica E2 tratada e os dois sistemas de cimentação resinosos utilizados foram capazes de suprir um dos requisitos para uma adesão clinicamente aceitável, que é estabelecer uma boa resistência de união entre cimento e cerâmica. Embora o sistema de cimentação auto-adesivo testado pareça ser uma opção promissora para facilitar os procedimentos de cimentação de restaurações, ainda não foram publicados trabalhos de acompanhamento clínico a longo prazo que forneçam índices de sobrevivência de restaurações cimentadas com esse novo sistema de cimentação.

7 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos neste estudo pode-se concluir que:

(1) O tratamento de superfície da cerâmica à base de dissilicato de lítio com uso de ácido fosfórico após ácido fluorídrico foi mais eficiente em aumentar sua resistência de união aos três sistemas de cimentação, em relação aos outros tratamentos superficiais testados.

(2) O sistema de cimentação resinoso convencional forneceu maior resistência de união que os sistemas de cimentação resinosos auto-adesivos à cerâmica à base de dissilicato de lítio, quando esta foi submetida ao tratamento de superfície somente com ácido fluorídrico. O sistema de cimentação não influenciou a resistência de união para os demais tipos de tratamento de superfície testados.

(3) O uso de adesivo não aumentou a resistência de união entre o cimento auto-adesivo e a cerâmica à base de dissilicato de lítio, exceto quando o tratamento de superfície utilizado sobre esta foi o jato de óxido de alumínio.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AIDA, M. et al. Effects from applying adhesive agents onto silanated porcelain surface on the resin bond durability. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 27, n. 3, p. 427-432, 2008.

ALBAKRY, M.; GUAZZATO, M.; SWAIN, M. V. Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials. **J. Dent.**, Guildford, v.32, n. 2, p. 91- 99, 2004.

ARIKI, Eurípedes Kaizo. **Resistência de união de cimentos resinosos, ao cisalhamento, variando o substrato e o material restaurador.** 2009. 133f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2009.

ARMSTRONG, S. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. **Dent. Mater.**, Washington, v. 26, n. 2, p. e50- e62, 2010.

AYAD, M. F; FAHMY, N.Z; ROSENTIEL, S.F. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. **J. Prosthet. Dent**., Saint Louis, v. 99, n. 2, p. 123-130, 2008.

BELLI, R. et al. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v.12, n. 4, p. 295-303, 2010.

BLATZ, M. B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of literature. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 89, n. 3, p. 268-74, 2003.

BORGES, G.B. et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 89, n. 5, p. 479-488, 2003.

BRUM, Rafael Torres. **Influência do tratamento de superfície em vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio na resistência de união com cimento resinoso dual.** 2009. 71f. Dissertação (Mestrado em Odontologia, área de concentração Dentística) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2009.

CLELLAND, N. L. et al. Influence of bond quality on failure load of leucite- and lithia dissilicate-based ceramics. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 97, n.1, p. 18-24, 2007.

CONRAD, H. J.; SEONG, W-J.; PESUN, I. J. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 98, n. 5, p. 389-404, 2007.

COSTA, C. A. S.; HEBLING, J.; RANDALL, R. C. Human pulp response to resin cements used to bond inlay restorations. **Dent. Mater.**, Washington, v. 22, n.10, p. 954-962, 2006.

DELLA BONA, A; ANUSAVICE, K. J; MECHOLSKY Jr., J. J. Failure analyses of resin composite bonded to ceramic. **Dent. Mater.,** Washington, v.19, n. 8, p. 693-699, 2003.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K. J. Work of adhesion of resin on treated Lithia disilicate-based ceramic. **Dent. Mater.**, Washington, v. 20, n. 4, p. 338-344, 2004.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY Jr., J. J. Apparent interfacial fracture toughness of resin/ceramic systems. **J. Dent. Res.**, Washington, v. 85, n. 11, p. 1037-1041, 2006.

EDUARDO, C. P.; BARROS, J. A. Estética em dentes posteriores com porcelanas de última geração. In: GONÇALVES, E. A. N.; GENTIL, S. N. **Atualização clínica em odontologia.** São Paulo: Artes Médicas, 2004. cap 4, p. 53- 62.

EL ZOHAIRY, A. A. et al. The effect of adhesives with various degrees of hidrophilicity on resin ceramic bond durability. **Dent. Mater.** Washington, v. 20, n. 8, p. 778-787, 2004.

HÖLAND, W. et al. A comparision of the microstructure and properties of the IPS Empress®2 and the IPS Empress® glass-ceramics. **J. Biomed. Mater. Res. B (Appl. Biomater.)**, Hoboken, v. 53, n. 4, p. 297-303, 2000.

HOOSHMAND, T.; PARVIZI, S.; KESHVAD, A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics. **J. Prosthodont.**, Philadelphia, v. 17, n. 5, p. 415-419, 2008.

JARDEL, V. et al. Surface energy of etched ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v. 19, n. 5, p. 415-418, 1999.

KERN, M.; THOMPSON, V. P. Sandblasting and silica coating of glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 71, n.5, p. 453-461, 1994.

KIM, B-K. et al. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis ,v. 94, n. 4, p.357-362, 2005.

KIMPARA, E. T.; VILELLA, L. C.; ARAUJO, M. A. J. Cimentação com adesivos resinosos. In: CARDOSO, R. J. A; GONÇALVES, E. A. N. **Dentística/ Laser**. São Paulo: Artes Médicas, 2002. cap. 16, p. 279-287.

KIYAN, V. H. et al. The Influence of Internal Surface Treatments onTensile Bond Strength for Two Ceramic Systems. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 32, n. 5, p. 457-65, 2007.

KUMBULOGLU, L. V. J. et al. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 32, n. 2, p. 128-133, 2005.

LUO, X.-P. et al. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS-Empress 2 dental ceramic. **Surface Science**, North Holland, v. 491, n. 3, p. 388- 394, 2001.

MAGNE, P.; CASCIONE, D. Influence of post-etching and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 96, n. 5, p. 354-361, 2006.

MAIR, L.; PADIPATVUTHIKUL, P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. **Dent. Mater.**, Washington, v. 26, n. 2, p. e17- e23, 2010.

MARSHALL, S. J. et al. A review of adhesion science. **Dent. Mater.**, Washington, v. 26, n. 2, p. e11- e16, 2010.

MENG, X.; YOSHIDA, K.; ASTUTA, M. Microshear bond strength of resin bonding systems to mechinable ceramic with different surface treatments. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 10, n. 3, p. 189-196, 2008.

MEYER FILHO, A. et al. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. **J. Prosthodont.,** Philadelphia, v. 13, n.1, p. 28- 35, 2004.

NAGAI, T., et al. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based lutting agents. **J. Oral Rehab.**, Oxford, v. 32, n. 8, p. 598-605, 2005.

OH, S.C. et al. Strength and microstructure of IPS Empress 2 glass-ceramic after diferent treatments. **Int. J. Prosthodont.,** Lombard, v. 13, n. 6, p. 468-472, 2000.

OZCAN, M.; VALLITTU, P.K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent. Mater.**, Washington, v. 19, n. 8, p. 725-731, 2003.

PANAH, F. G.; REZAI, S. M.; AHMADIAN, L. A. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear Bond strength of composite resin to IPS Empress 2. **J. Prosthodont.**, Philadelphia, v. 17, n. 5, p.409-414, 2008.

PASSOS, S. P. et al. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized felsdpathic ceramic? **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 10, n. 6, p. 455-460, 2008.

PEKKAN, G.; HEKIMOGLU, C. Evaluation of shear and tensile bond strength between dentin and ceramics using dual-polymerizing resin cements. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 102, n. 4, p. 242- 252, 2009.

PEUMANS, M. et al. Two-year clinical evaluation of a self-adhesive luting agent for ceramic inlays. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 12, n. 2, p. 151-161, 2010.

PINTO, Manoel Carlos Araujo de Miranda. **Avaliação da resistência de união de três tipos de cimentos resinosos frente à cerâmica a base de dissilicato de lítio.** 2009. 90f. Dissertação (Mestrado em Odontologia, área de concentração Dentística) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade de Taubaté, Taubaté, 2009.

PISANI-PROENÇA, J. et al. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. **J. Prosthet. Dent.,** Saint Louis, v. 96, n. 6, p. 412-417, 2006.

PIWOWARCZYK, A; LAUER, H-C; SORENSEN, J. A. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. **J. Prosthet. Dent.**, Saint Louis, v. 92, n. 3, p. 265-273, 2004.

PLÁCIDO, E. et al. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. **Dent. Mater.**, Washington, v. 23, n. 9, p.1086-1092, 2007.

RADOVIC, I. et al. Self-adhesive resin cements: a literature review. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 10, n. 4, p. 251-258, 2008.

REICH, S. M. et al. Effect of surface treatment on the shear bond strength of three resin cements to a machinable feldspatic ceramic. **J. Biomed. Mater. Res. B (Appl. Biomater.)**, Hoboken, v. 74B, n. 2, p. 704 -746, 2005.

SÁLVIO, L. A. et al. Effect of water storage and surface treatment on the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. **J. Prosthodont.**, Philadelphia, v.16, n. 3, p.192-199, 2007.

SANTOS Jr, G. C; SANTOS, M. J. M. C; RIZKALLA, A. S. Adhesive cementation of etchable ceramic restorations. **J. Can. Dent. Assoc**., Toronto, v. 75, n.5, p. 379-384, 2009.

SARAÇOGLU, A.; CURA, C.; ÇÖTERT, H. S. Effect of various surface treatment methods on the Bond strength of the heat-pressed ceramic samples. **J. Oral Rehab.**, Oxford, v. 31, n. 8, p. 790-797, 2004.

SCHERRER, S. S.; CESAR, P. F.; SWAIN, M. V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. **Dent. Mater.**, Washington, v. 26, n. 2, p. e78- e93, 2010.

SHIMADA, Y.; YAMAGUSHI, S.; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent. Mater.**, Washington, v.18, n. 5, p.380-388, 2002.

SPOHR, A. M. et al. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. **Int. J. Prosthodont.,** Lombard, v. 16, n. 3, p. 277-282, 2003.

STANGEL, I.; NATHANSON, D.; HSU, C. S. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Washington, v. 66, n. 9, p. 1460- 1465, 1987.

TORRES, S. M. P., et al. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 34, n. 4, p. 399-407, 2009.

TASCHNER, M. et al. IPS Empress inlays luted with a self-adhesive resin cement after 1 year. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v. 22, n. 1, p. 55-59, 2009.

VALENTI, M.; VALENTI, A. Retrospective survival analysis of 261 lithium disilicate crowns in a private general practice. **Quintessence Int.**, Berlin, v. 40, n. 7, p.573-579, 2009.

VAN MEERBEEK, B. et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. **Dent. Mater.**, Washington, v. 26, n. 2, p. e100- e121, 2010.

VAN NOORT, R. et al. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J. Dent. Res.**, Washington, v.70, n. 5, p.889-893, 1991.

WOLFART, S. et al. Clinical outcome of three-unit lithium-disilicate glass-ceramic fixed dental prostheses: up to 8 years results. **Dent. Mater.**, Washington, v. 25, n. 9, p. e63-e71, 2009.

ZHANG, C.; DEGRANGE, M. Shear bond strengths of self-adhesive luting resins fixing dentine to different restorative materials. **J. Biomater. Sci. Polym Ed.**, Utrecht, v. 21, n. 5, p. 593- 608, 2010.

ANEXOS

ANEXO A - Resultados (p-valor) dos testes de normalidade e homogeneidade da variância..

Grupos	Shapiro-Wilk	Levene
NT/EX/V2	0,506	0,000**
NT/UC	0,025*	
NT/SB2/UC	0,079	
J/EX/V2	0,238	
J/UC	0,698	
J/SB2/UC	0,220	
HF/EX/V2	0,528	
HF/UC	0,721	
HF/SB2/UC	0,213	
JHF/EX/V2	0,599	
JHF/UC	0,257	
JHF/SB2/UC	0,201	
HFP/EX/V2	0,590	
HFP/UC	0,124	
HFP/SB2/UC	0,756	
JHFP/EX/V2	0,448	
JHFP/UC	0,222	
JHFP/SB2/UC	0,710	

* p-valor < 0,050 – rejeita-se a hipótese de normalidade dos dados.
** p-valor < 0,050 – rejeita-se a hipótese de igualdade das variâncias.

ANEXO B - Resultados do teste de Kruskal-Wallis.

Testes entre os tratamentos	**Tratamento**	**Grupos**	**p-valor**
EX/V2	NT J HF JHF HFP JHFP	1 4 7 10 13 16	0,000*
UC	NT J HF JHF HFP JHFP	2 5 8 11 14 17	0,000*
SB2/UC	NT J HF JHF HFP JHFP	3 6 9 12 15 18	0,000*

ANEXO C - Resultados do teste de Mann-Whitney.

Testes entre os tratamentos	Comparações	Grupos	p-valor
EX/V2	NT x J	1 x 4	0,005*
	NT x HF	1 x 7	0,000*
	NT x JHF	1 x 10	0,008*
	NT x HFP	1 x 13	0,000*
	NT x JHFP	1 x 16	0,000*
	J x HF	4 x 7	0,041*
	J x JHF	4 x 10	**0,406**
	J x HFP	4 x 13	0,000*
	J x JHFP	4 x 16	0,000*
	HF x JHF	7 x 10	0,001*
	HF x HFP	7 x 13	0,000*
	HF x JHFP	7 x 16	0,000*
	JHF x HFP	10 x 13	0,000*
	JHF x JHFP	10 x 16	0,000*
	HFP x JHFP	13 x 16	**0,290**
UC	NT x J	2 x 5	0,002*
	NT x HF	2 x 8	0,000*
	NT x JHF	2 x 11	0,000*
	NT x HFP	2 x 14	0,000*
	NT x JHFP	2 x 17	0,000*
	J x HF	5 x 8	0,034*
	J x JHF	5 x 11	**0,821**
	J x HFP	5 x 14	0,000*
	J x JHFP	5 x 17	0,000*
	HF x JHF	8 x 11	0,031*
	HF x HFP	8 x 14	0,000*
	HF x JHFP	8 x 17	0,000*
	JHF x HFP	11 x 14	0,000*
	JHF x JHFP	11 x 17	0,000*
	HFP x JHFP	14 x 17	**0,597**
SB2/UC	NT x J	3 x 6	0,000*
	NT x HF	3 x 9	0,004*
	NT x JHF	3 x 12	0,001*
	NT x HFP	3 x 15	0,000*

	NT x JHFP	3 x 18	0,000*
	J x HF	6 x 9	0,000*
	J x JHF	6 x 12	0,013*
	J x HFP	6 x 15	0,000*
	J x JHFP	6 x 18	0,000*
	HF x JHF	9 x 12	**0,257**
	HF x HFP	9 x 15	0,000*
	HF x JHFP	9 x 18	0,000*
	JHF x HFP	12 x 15	0,000*
	JHF x JHFP	12 x 18	0,000*
	HFP x JHFP	15 x 18	**0,880**

ANEXO D – Valores (MPa) dos espécimes de cada grupo.

	e1	e2	e3	e4	e5	e6	e7	e8	e9	e10
Grupo 1	16.982	20.384	25.264	24.637	21.185	16.072	15.131	16.718	8.251	8.937
Grupo 2	21.481	8.584	21.383	7.271	9.721	15.817	22.128	7.702	21.462	18.240
Grupo 3	23.480	22.559	26.812	9.447	17.208	10.623	8.330	8.506	8.153	16.718
Grupo 4	29.713	21.697	32.104	20.090	25.088	27.286	31.124	30.576	19.384	22.265
Grupo 5	26.871	17.679	31.379	22.834	23.696	24.362	23.598	18.914	27.048	23.069
Grupo 6	29.458	28.812	31.908	27.773	29.458	32.810	27.675	31.595	27.538	29.556
Grupo 7	29.849	30.045	31.203	29.301	30.946	30.397	31.791	31.142	31.164	29.106
Grupo 8	24.656	23.245	26.812	28.184	32.714	24.911	30.114	28.772	29.537	24.911
Grupo 9	19.012	24.362	23.265	24.323	26.675	25.970	27.716	23.461	26.891	25.676
Grupo 10	23.915	23.343	19.345	19.247	24.735	26.164	29.948	22.696	29.419	25.813
Grupo 11	23.951	22.383	27.008	26.048	24.872	21.736	26.303	22.422	23.245	26.891
Grupo 12	29.890	27.028	28.694	23.716	25.832	23.539	22.677	28.518	23.951	29.419
Grupo 13	34.202	38.063	40.905	41.808	38.514	42.434	41.885	39.415	36.103	37.808
Grupo 14	38.122	36.534	34.770	42.924	36.338	41.591	43.100	44.746	43.278	34.554
Grupo 15	43.922	42.512	41.007	36.573	42.624	35.734	33.437	50.095	37.632	48.409
Grupo 16	48.120	37.338	36.710	33.829	43.061	49.039	43.041	32.065	44.472	44.942
Grupo 17	44.106	42.982	32.068	41.414	41.228	44.530	43.130	38.851	38.975	37.004
Grupo 18	49.744	35.966	40.184	43.668	32.457	38.651	39.690	52.956	32.320	45.693