

ALBERTO NOGUEIRA DA GAMA ANTUNES

Cirurgião-Dentista

**EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E
ARMAZENAMENTO NA RESISTÊNCIA DA UNIÃO ENTRE
RESINA COMPOSTA INDIRETA E CIMENTO AUTO-
ADESIVO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para a obtenção do Título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Mário Fernando de Goes

Piracicaba

2007

An89e Antunes, Alberto Nogueira da Gama.
Efeito do tratamento de superfície e armazenamento na
resistência da união entre resina composta indireta e
cimento auto-adesivo. / Alberto Nogueira da Gama Antunes.
-- Piracicaba, SP : [s.n.], 2007.

Orientador: Mário Fernando de Goes.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Resinas compostas. 2. Cimentos dentários. 3.
Resistência à tração. I. Goes, Mário Fernando de. II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(mg/fop)

Título em Inglês: Effect of surface treatment and storage on
bond strength between indirect composite and self-adhesive cement.

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Composite resins. 2. Dental
cements. 3. Tensile strength

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Mário Fernando de Goes, Lourenço Correr Sobrinho,
André Figueiredo Reis

Data da Defesa: 26-02-2007

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 26 de Fevereiro de 2007, considerou o candidato ALBERTO NOGUEIRA DA GAMA ANTUNES aprovado.



PROF. DR. MARIO FERNANDO DE GOES



PROF. DR. ANDRE FIGUEIREDO REIS



PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO

DEDICO ESTE TRABALHO

A **DEUS**, pela minha existência e por me guiar em todos os momentos.

À minha família, em especial os meus pais **Alberto** e **Márcia** e minha irmã **Patrícia**, pelo amor, apoio, confiança e exemplo. Sou muito grato por vocês terem sempre me apoiado em meus sonhos. É muito bom saber que eu posso sempre contar com vocês.

À **Fafá** por todo seu amor, carinho, dedicação e incentivo. Saiba que o sabor das conquistas e das pequenas vitórias diárias não seria o mesmo sem você ao meu lado. Tenha certeza que todos os momentos ao seu lado são especiais.

“Não sei,
Se a vida é curta ou longa demais para nós,
Mas sei que nada do que vivemos tem sentido,
Se não tocarmos o coração das pessoas.
Muitas vezes basta ser:
Colo que acolhe,
Braço que envolve,
Palavra que conforta,
Silêncio que respeita,
Alegria que contagia,
Lágrima que corre,
Olhar que sacia
Amor que promove.
E isto não é coisa do outro mundo,
É o que dá sentido à vida.
É o que faz com que ela não seja nem curta,
Nem longa demais,
Mas que seja intensa,
Verdadeira,
Pura...
Enquanto durar....

Cora Coralina

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Mário Fernando de Goes**, exemplo a ser seguido, por acreditar no meu trabalho, incentivo, conhecimento transmitido e oportunidades. A sua orientação é fundamental no meu crescimento.

“Pior que o simples desconhecimento, contudo, é a ignorância potenciada de uma falsa certeza – o acreditar convicto de quem está seguro de que sabe o que desconhece. Abrir-se à dúvida radical – a possibilidade de que estejamos seriamente enganados sobre nós mesmos e sobre as crenças, paixões e valores que nos governam – é abrir-se à oportunidade de rever e avançar. É ousar saber *quem se é* para aprender a repensar a vida e tornar-se *quem pode de pode ser*”.

Eduardo Giannetti

“Somos o que fazemos, mas somos principalmente o que fazemos para mudar o que somos.”

Eduardo Galeano.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor **Francisco Haiter Neto** e Diretor Associado **Marcelo de Castro Meneghini**.

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, Coordenador Geral de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pelos ensinamentos e auxílio na estatística deste trabalho. Sou grato pela sua dedicação durante o curso e valiosa contribuição em minha formação.

Ao **Prof. Dr. Simonides Consani**, Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, pelos conhecimentos transmitidos e importante dedicação ao curso.

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, por todo o conhecimento transmitido, conselhos durante a minha jornada e constante apoio.

À **Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppini Rontani**, Titular da Área Odontopediatria, Departamento de Odontologia Infantil, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, Coordenadora do Programa de Pós-graduação em Materiais Dentários, pelo constante incentivo e dedicação à nossa formação científica.

À **Prof^a. Dr^a. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho**, professora da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da

Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela valiosa contribuição na minha formação, apoio, exemplo, ensinamentos que tornaram este trabalho possível e agradável convivência.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior** (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos.

Aos professores da banca de exame de qualificação, **Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppim Rontani**, **Prof. Dr. Luís Roberto M. Martins** e **Prof. Dr. Simonides Consani**, pelas sugestões que contribuíram para o enriquecimento deste trabalho.

Aos funcionários do laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, **Marcos Blanco Cangiani** e **Selma Aparecida Barbosa Segalla**, pela amizade, paciência, agradável convivência e valiosa dedicação ao nosso curso.

Ao centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP-UNICAMP e aos funcionários **Adriano L. Martins** e **Eliene Orsini N. Romani**, por toda a paciência que tiveram em me ensinar a utilizar o microscópio eletrônico de varredura.

À Bibliotecária **Sueli Duarte de Oliveira Soliani** pela ajuda com a aquisição das separatas e orientação nas referências bibliográficas.

À **Mirela** pela força, incentivo e exemplo. Sua presença foi valiosa na minha adaptação à faculdade e na minha formação científica.

À **Grace** pela companhia, conversas e orientações no início do trabalho. Sem a sua orientação este trabalho não seria possível.

À **Carol**, exemplo de competência e determinação, pelas conversas, apoio e incentivo. Sua companhia no laboratório e ajuda na obtenção das imagens de microscopia eletrônica de varredura foram imprescindíveis para a realização deste trabalho. Espero que este seja o primeiro de inúmeros trabalhos juntos.

Aos colegas de mestrado **Andréia, Flávia, Luciano, Paula, Michele, Rafael, Renata, Suzana, e William** e de doutorado **Alberth, Américo, Ana Flávia, Cíntia, Dario, Fabíola, Hugo, Juliana, Júlio, Luis Felipe, Marcelo, Murilo, Myrna, Rodrigo, Ricardo, Ricardo Vaz Safira e Vinícius** pelo grande apoio, companhia e por todos os bons momentos nestes 2 anos de Piracicaba. Eu não teria conseguido nada sem a presença de vocês.

Ao prof. Dr. **Rubens Nisie Tango** pela convivência durante o curso de Pós-graduação, conversas e orientações sobre a estatística deste trabalho.

À **Lucia e Fawaz Khezam** pela amizade e carinho em todos os momentos e por terem me ajudado na adaptação em Piracicaba. Sempre quando estou com vocês é como se eu fosse parte da família.

Aos ex-companheiros de pensão **Alexandre, Carol, Edson, Fernando, Francesco, Henrique, Iza, Juliana, Leandro, Leonardo Tribis, Ligia, Maurício, Rafael, Rafael Forusi e Vitor** por todo apoio, pelas conversas divertidas, companheirismo e alegre companhia logo na minha chegada em Piracicaba.

“...os seres humanos não nascem para sempre no dia em que as mães os dão à luz, e sim que a vida os obriga outra vez e muitas vezes a se parirem a si mesmos.”

Gabriel Garcia Márquez

RESUMO

Este estudo avaliou o efeito de diferentes tratamentos na superfície de resina composta utilizada para restaurações indiretas e do armazenamento em água na resistência de união com cimento auto-adesivo. Quarenta blocos cilíndricos de compósito MZ100 com dimensões de 4x10mm (altura x diâmetro) foram cimentados dois a dois com o cimento RelyX Unicem. Vinte corpos-de-prova foram divididos, em cinco grupos de acordo com o tratamento de superfície. G1 (controle)- Sem tratamento; G2- Jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3); G3- Aplicação do condicionador de metal; G4- Jateamento com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação do condicionador de metal; G5- Jateamento com partículas de óxido de alumínio e aplicação do silano. Após a cimentação (24 horas), os conjuntos foram seccionados, produzindo espécimes em forma de palito com aproximadamente $0,8mm^2$ de área. Após a obtenção dos palitos, o ensaio de tração foi executado, em uma máquina de ensaio universal (Instron) sob velocidade de 0,5mm/min em dois períodos de tempo: 48 horas e 40 dias após a cimentação. As médias de resistência de união em 48 horas foram G1 = 45,48MPa; G2 = 47,17MPa; G3 = 36,16MPa; G4 = 41,68MPa; G5 = 45,84MPa. Após quarenta dias de armazenamento as médias de resistência de união foram: G1 = 48,07MPa; G2 = 42,56MPa; G3 = 37,84MPa; G4 = 34,17MPa; G5 = 45,59MPa. No período de teste de 48 horas e 40 dias a aplicação do condicionador de metal resultou em valores de resistência de união menores em relação aos outros tratamentos. O armazenamento de quarenta dias produziu redução estatisticamente significativa na resistência de união para o G4. Os demais grupos não apresentaram diferenças estatisticamente significante ($p>0,05$).

Palavras-chave: Resinas Compostas, Cimentos dentários, Resistência à tração.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different treatments and water storage on bond strength of an indirect resin cemented using self-adhesive luting cement. Forty cylindrical blocks (4X10mm) were cemented together in pairs using RelyX Unicem cement. Twenty samples were divided in groups of five according to surface treatment. G1 (control)- no surface treatment was applied; G2- Surface was sandblasted with Al₂O₃ particles; G3- surface was treated with metal conditioner; G4- samples were sandblasted with Al₂O₃ particles and metal conditioner was applied; G5- samples were sandblasted with Al₂O₃ and silane agent was applied. The pairs were sectioned twenty four hours after cementation, producing beams with cross-section area of 0.8mm² approximately. Microtensile testing was performed 48 hours and 40 days after luting procedure using a universal testing machine (Instrom) at a crosshead speed of 0,5mm/min. The means obtained for microtensile bond strength after 24 hours were: G1 = 45.48MPa; G2 = 47.17MPa; G3 = 36.16MPa; G4 = 41.68MPa; G5 = 45.84MPa. After forty days of storage the means obtained for microtensile bond strength were: G1= 48.07MPa; G2 = 42.56MPa; G3= 37.84MPa; G4 = 34.17MPa; G5 = 45.59MPa. After 48 hours and 40 days, the application of Alloy primer resulted in the lowest microtensile bond strength values when compared to all the other treatments. Water storage for 40 days produced a statistically significant reduction of microtensile bond strength values for group G4. Other groups did not reveal statistically significant reduction of bond strength after storage (p>0,05).

Key-words: Composite resin, Dental cements, Tensile strength.

SUMÁRIO

	Página
1–INTRODUÇÃO	1
2 – REVISAO DA LITERATURA	5
2.1 RESINAS COMPOSTAS	5
2.1.1 Resinas compostas para uso direto	5
2.1.2 Resinas compostas para uso indireto	9
2.2 CIMENTOS ODONTOLÓGICOS	11
2.2.1 Cimentos Odontológicos à base de água	11
2.1.2 Cimentos Odontológicos à base de resina composta	13
2.1.3 Cimentos auto-adesivos	14
2.3 TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE DE ESTRUTURAS DENTAIS	19
2.3.1 Sistemas adesivos	19
2.3.2 Sistemas adesivos convencionais	20
2.3.3 Sistemas adesivos autocondicionantes	21
2.4 Tratamento de superfícies de restaurações indiretas	22
2.4.1 Tratamento mecânico	23
2.4.2 Tratamento químico	23
2.4.2.1 Silanos	23
2.4.2.2 Condicionador de metal	30
3 – PROPOSIÇÃO	35
4 – MATERIAIS E MÉTODOS	36
4.1. Materiais	36
4.2 Método	37
4.2.1 Preparação dos espécimes em resina composta MZ100	37
4.2.2. Distribuição dos espécimes nos grupos experimentais	38
4.2.3 Obtenção dos corpos-de-prova	42
4.2.4 Ensaio de tração	43
4.2.5 Padrão de fratura	44

5 – RESULTADOS	45
5.1 Resistência de união e padrão de fratura	45
5.2 Padrão de fratura	47
6 – DISCUSSÃO	51
7 – CONCLUSÃO	55
REFERÊNCIAS	56
ANEXOS	65
Anexo I – Quadro com os valores do período de teste de 48 horas	65
Anexo II – Quadro com os valores do período de teste de 40 dias	67
Anexo III – Estatística descritiva	70
Anexo IV - Quadro de análise de variância e teste de Tukey (dados não transformados)	74
Anexo V - Quadro de análise de variância e teste de Tukey (dados transformados)	79

1. INTRODUÇÃO

De todos os materiais estéticos disponíveis no mercado, a resina composta foi o material que mais ganhou credibilidade na odontologia restauradora. Isto foi possível graças aos avanços nas propriedades físicas e mecânicas ocorridas, nestes últimos 40 anos, que resultaram em significativa melhora tanto na qualidade da manipulação, aplicação e potencial estético como na longevidade clínica.

As formulações introduzidas no início da década de 90 já mostravam taxas de desgaste comparáveis às restaurações em amálgama de prata (Mazer & Leinfelder, 1992, Wendt & Leinfelder, 1992). No entanto, as recentes formulações usando matriz orgânica com peso molecular maior que o monômero Bis-GMA e partículas inorgânicas dentro da escala nanométrica, têm mantido as propriedades físicas similares às das resinas compostas dos anos 90 e taxas de desgaste semelhantes a dos dentes naturais (Ferracane, 2001, Mitra *et al.*, 2003).

Uma das principais vantagens ao usar a resina composta como material restaurador está na capacidade de união aos tecidos dentais quando usadas em combinação com os sistemas adesivos. A efetiva interface de união entre o esmalte e a dentina com o material restaurador impulsionou o conceito da odontologia restauradora com remoção mínima de tecido dental e proporcionou uma inter-relação biomecânica direta entre a restauração e as estruturas dentais (Buonocore, 1955, Nakabayashi *et al.*, 1982, Tyas *et al.*, 2000).

A técnica direta de inserção da resina composta em cavidades pequenas e médias ainda tem sido preferida no procedimento restaurador dos dentes posteriores. No entanto, as dificuldades em controlar as tensões geradas durante a reação de polimerização do compósito e em efetivar o máximo a conversão dos monômeros da resina composta em polímero, quando aplicados em cavidades profundas, podem ser agravadas em dentes com cavidades extensas e/ou profundas (Cheung, 1990, Versluis *et al.*, 1996). Como estes problemas são inerentes às resinas compostas, existe a dificuldade técnica em

inserir o material na cavidade extensa e profunda, que pode resultar em incompleto selamento marginal, além da forma anatômica e contatos proximais inadequados, com conseqüente redução na longevidade da restauração (Leinfelder, 1997).

Estes fatores clínicos foram suficientes para recomendar a técnica indireta para confeccionar restaurações em resina composta, principalmente, em cavidades extensas. Nesta técnica o cirurgião-dentista produz um molde e um modelo em gesso da cavidade preparada. Sobre o modelo em gesso é preparada a restauração em resina composta. Todo o procedimento de confecção da restauração ocorre em ambiente fora do meio bucal, amenizando os efeitos negativos produzidos pela contração de polimerização (Touati & Aidan, 1997, Van Meerbeek *et al.*, 2001).

Depois de ser confeccionada a restauração indireta deve ser fixada na cavidade preparada com resina composta indicada para cimentação de próteses. Dentro desta concepção, o material para cimentação deve se unir aos tecidos dentais da cavidade preparada e à superfície interna da restauração em resina composta. A união com o esmalte e a dentina pode ser obtida pelo condicionamento ácido e aplicação de adesivo dentinário associado ao cimento resinoso (Buonocore, 1955, Nakabayashi *et al.*, 1982, Van Meerbeek *et al.*, 2001, Van Meerbeek *et al.*, 2003, De Munck *et al.*, 2005). Os Sistemas adesivos contemporâneos disponíveis para uso com a técnica úmida e na forma autocondicionante exigem grande domínio técnico do operador para efetuar o procedimento clínico. Descuido com a técnica de aplicação pode comprometer a efetividade da resistência de união (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

A união com a superfície interna da restauração indireta de resina composta pode ser conseguida pela forma mecânica e/ou química (Peutzfeldt, 2001). Na forma química a união ocorre por um processo de copolimerização do monômero do cimento resinoso com radicais acrílicos que não reagiram na superfície interna do polímero usado como material restaurador. Mesmo assim, é necessário que este modo de união seja combinado com a retenção mecânica produzida pelo jateamento com óxido de alumínio (50 μm) seguida pela

aplicação do silano para aumentar a união entre o cimento resinoso e a restauração indireta (Swift *et al.*, 1992, Peutzfeldt, 2001, El Zohairy *et al.*, 2003, Ellakwa *et al.*, 2003). O uso de substâncias capazes de tratar quimicamente (silanos e condicionador de metal) a superfície das restaurações indiretas tem sido recomendado como forma de aumentar a interação entre a resina composta para uso indireto tratada mecanicamente e cimento resinoso (Tezvergil *et al.*, 2003).

Após o procedimento de cimentação duas interfaces são, no mínimo, produzidas. A primeira está localizada entre as estruturas dentais e o cimento resinoso e a segunda localizada entre o cimento resinoso e a superfície interna da peça protética. O estabelecimento de uma resistente e durável união entre o remanescente dental e a restauração é importante para o aspecto biomecânico do conjunto dente-restauração. Para isso, é necessário um tratamento apropriado das respectivas superfícies (esmalte e/ou dentina e resina composta) envolvidas na união (Hikita *et al.*, 2006). Da mesma forma, a camada intermediária formada pelo cimento resinoso, cuja função é unir e inter-relacionar o dente com a restauração, deve ser considerada (Komine *et al.*, 2004, Hikita *et al.*, 2006). Entretanto, a interface de união entre a superfície interna do compósito e o cimento resinoso tem sido a região mais fraca nas restaurações indiretas (Shortall *et al.*, 1996, Mak *et al.*, 2002).

Em 2002, foi disponibilizado no mercado odontológico um material que produz adesão em uma simples aplicação, eliminando assim, a necessidade do pré-tratamento do esmalte ou da dentina e simplificando a técnica de cimentação. Denominado de auto-adesivo, o material Rely X Unicem (3M-ESPE) possui propriedade de união baseada em um monômero ácido (éster do ácido fosfórico metacrilato (3M Espe, 2002, De Munck *et al.*, 2004, Gerth *et al.*, 2006). Além disso, também tem sido sugerida uma possível reação química com a hidroxiapatita dos tecidos do dente e com as partículas vítreas de flúor alumino silicato, propriedade comprovada até agora para os ionômeros de vidro (Wilson *et al.*, 1983, Yoshida *et al.*, 2000). A reação de presa ocorre por meio da

polimerização de radicais livres que pode ser iniciado pela ação da luz visível ou por oxi-redução.

De acordo com De Munck, *et al.* (2004), o Rely X Unicem interage com a superfície da dentina sem formar uma real camada híbrida ou prolongamentos resinosos. Apesar disso, os valores de resistência de união à dentina foram similares àqueles obtidos para o material Panavia F. Na comparação entre a dentina coronária e radicular de dentes bovinos, os valores de resistência de união não foram diferente entre si, independente do material usado (Walter *et al.*, 2005). No entanto, o RelyX Unicem apresentou valores estatisticamente superiores quando comparado com o cimento resinoso Panavia F e o cimento de ionômero de vidro FujiCEM.

O material auto-adesivo tem sido recomendado tanto para cimentação de coroas metálicas, cerâmicas, bem como para restaurações indiretas do tipo inlay/onlay em cerâmica e resina composta. Em coroas cerâmicas o cimento auto-adesivo tem mostrado qualidade na adaptação marginal, produzindo selamento da dentina e esmalte comparável aos adesivos (Behr *et al.*, 2004, Rosentritt *et al.*, 2004, Ibarra *et al.*, 2006). Entretanto, a qualidade e a resistência da união produzida entre a superfície interna da restauração indireta de resina composta e o cimento auto-adesivo ainda continua indefinida.

Como o sucesso clínico das restaurações indiretas também tem sido dependente do material usado para cimentação e que a interface de união mais susceptível à fratura está entre o cimento resinoso e a restauração indireta confeccionada em resina composta (Shortall *et al.*, 1996, Mak *et al.*, 2002), o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união do cimento auto-adesivo e a superfície de uma resina composta para uso direto, após tratamento mecânico e químico, e depois de quarenta dias de armazenamento em água.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Resinas compostas

A resina composta foi desenvolvida por Bowen no ano de 1962. O material consiste na mistura de dois ou mais materiais com características químicas distintas. Os principais componentes são: uma matriz resinosa, representando o componente quimicamente ativo; carga inorgânica, adicionada com o propósito de reforçar o material e agente de união ligando estes dois componentes. Cada um desses constituintes contribui especificamente para as propriedades finais do material. Logo, o resultado é um material com propriedades físicas e mecânicas superiores em relação aos componentes individuais.

2.1.1 Resinas compostas para uso direto

Ao longo dos anos as resinas compostas para uso direto evoluíram em relação às tecnologias dos monômeros resinosos e aos tipos de carga inorgânica.

A adição de conteúdo inorgânico às resinas compostas trouxe benefícios ao material, tais como a diminuição da contração de polimerização, do coeficiente de expansão térmica e sorção de água, radiopacidade e aumento das propriedades mecânicas. As resinas compostas evoluíram com a diminuição e aumento da quantidade de partículas inorgânicas, assim como através do seu processamento e introdução de novos tipos de partículas inorgânicas (Mazer & Leinfelder, 1992, Mitra *et al.*, 2003).

Inicialmente, a primeira partícula de carga aplicada nos materiais foi o quartzo. A vantagem em utilizar este mineral estava na elevada resistência à abrasão e índice de refração da luz similar ao da estrutura dental (Anusavice, 2005). A alta dureza do quartzo dificultava o seu processamento, não sendo possível a produção de partículas menores com formato mais regular. O formato

irregular obtido causava concentração de tensões nos ângulos da partícula. As primeiras resinas compostas, fabricadas com partículas de quartzo, possuíam um percentual em peso de 70 a 80% de conteúdo inorgânico, com tamanho médio de 15µm. Tais materiais são classificados como resinas compostas de macropartículas.

Com o propósito de eliminar as deficiências das resinas de macropartículas, foram introduzidas na década de 70 as partículas submicroscópicas de sílica coloidal. Esse tipo de partícula era obtido por meio do aquecimento do tetracloreto de silício em um ambiente com hidrogênio e oxigênio, resultando no dióxido de silício com tamanho submicrométrico de formato esferoidal (Anusavice, 2005). Foram conseguidas partículas com tamanho de até 0,01 a 0,2µm de diâmetro, mas os produtos finais apresentavam partículas com tamanho de 10 a 20µm. Isso ocorria devido à presença de cargas eletrostáticas na superfície das partículas que promovia a formação de aglomerados. As resinas produzidas com esse tipo de partícula foram classificadas como resinas compostas de micropartículas e devido ao seu baixo conteúdo de carga em peso, cerca de 50 a 60%, foram indicadas para a região dos dentes anteriores.

O surgimento das resinas, classificadas como híbridas só foi possível devido à introdução das partículas de vidros ou vidros cerâmicos, como componentes de cargas. Apresentavam, dessa forma, propriedades mecânicas das resinas de macropartículas e textura próxima das resinas microparticuladas em um único material. As partículas de vidro são mais resilientes e menos duras que o quartzo, o que facilitava a produção de cargas inorgânicas com formato mais regular e com menor tamanho. Elementos químicos, tais como bário, estrôncio, zinco e alumínio foram adicionados para conferir radiopacidade ao material. O aperfeiçoamento dos métodos de produção de partículas inorgânicas levou a produção de partículas de menor tamanho. Assim, a compactação da carga e aumento da quantidade de conteúdo inorgânico foi possível. Surgiram as resinas híbridas de menor tamanho, classificadas como resinas micro-híbridas.

Em função da redução do tamanho da partícula inorgânica e do aumento de sua quantidade, na década de 90, as resinas compostas apresentaram desempenho comparável às restaurações com o amálgama em relação ao desgaste do material quando em função (Mazer & Leinfelder, 1992, Wendt & Leinfelder, 1992). Foi demonstrado que os compósitos formados com partículas de carga esféricas de menor tamanho exibiram os maiores valores de resistência ao desgaste (desgaste generalizado e localizado) e propriedades mecânicas (dureza de superfície e resistência à compressão) em relação aos materiais com partículas esféricas de maior tamanho (Suzuki *et al.*, 1995). Suzuki *et al.* (1996) avaliaram as taxas de desgaste de resinas compostas indicadas para restaurações de cavidades de dentes posteriores e uma liga de ouro (tipo III). Os corpos-de-prova de resina composta deste estudo foram testados contra uma superfície antagonista à base de esmalte humano. A superfície de esmalte foi fixada em um dispositivo plástico. Os materiais resinosos contendo sílica/zircônio ou quartzo obtiveram maior taxa de desgaste em relação aos materiais formados por sílica e bário. Foi observado que as resinas híbridas produziram maior desgaste em relação às resinas microparticuladas (Suzuki *et al.*, 1996).

Em 2003, Mitra *et al.* desenvolveram resinas compostas contendo partículas em escala nanométrica (20 a 75nm). As propriedades mecânicas de resistência à compressão, tração diametral e resistência à flexão, resistência ao desgaste, resistência à fratura e teste de retenção do polimento, foram comparáveis às diferentes de resinas compostas disponíveis no mercado (híbridas microhíbridas e microparticuladas). O polimento e a retenção do polimento das resinas compostas formadas por nanopartículas foram considerados superiores às outras marcas comerciais. Segundo os autores, esta característica haveria de ser um dos benefícios em relação a aparência das restaurações. Estes materiais, portanto, foram considerados apropriados para uso em dentes anteriores e posteriores, uma vez que possuíam propriedades mecânicas similares e polimento superior aos demais materiais resinosos.

O mecanismo de polimerização das resinas compostas ocorre por meio de processo químico e/ou físico. Em ambas as situações, quando o material é ativado ocorre a reação química de polimerização por adição, que faz com que a distância entre os monômeros resinosos seja reduzida durante a formação das ligações covalentes entre os átomos de carbono, com conseqüente redução do volume final do material (Versluis *et al.*, 1996).

A contração de polimerização gera tensões ao longo da interface restauradora. Como o material está unido a uma ou mais faces da parede da cavidade preparada através dos sistemas adesivos, há uma competição entre a resistência de união entre as faces da estrutura dental com a resina e a redução do volume do material produzida pela polimerização. Caso exista uma área de adesão deficiente as forças de contração de polimerização podem romper a interface de união (Davidson *et al.*, 1984).

Feilzer *et al.* (1987), em um estudo com resinas compostas autopolimerizáveis, criaram o termo fator de configuração cavitária (fator C) para descrever a relação entre superfícies aderidas e não aderidas dentro de uma cavidade. Quanto maior for o valor da relação, maior a tensão gerada. A superfície livre é considerada como responsável pela deformação da resina composta da e absorção da tensão no momento da contração (Feilzer *et al.*, 1987, Versluis *et al.*, 1996).

A aplicação da resina composta dentro da cavidade em pequenos incrementos tem sido indicada como forma de controlar a contração de polimerização e minimizar a influência do fator C (Cheung, 1990). Este procedimento deve ser conduzido de maneira que a resina composta não tenha contato com mais de duas paredes da cavidade simultaneamente. Assim, é mantida uma superfície livre para a resina se deformar. No entanto, a tensão de contração não é completamente eliminada e enquanto camadas são utilizadas para completar a restauração, a primeira camada ainda está contraindo (Versluis *et al.*, 1996). Em cavidades mais extensas este problema é ainda mais evidente, pois uma maior quantidade de material é necessária para a confecção da restauração.

2.1.2 Resinas compostas para uso indireto

A técnica indireta com o uso de resinas compostas surgiu na década de oitenta, apresentando vantagens relacionadas com seu baixo custo, redução da contração de polimerização e melhora nos contatos proximais (Touati & Aidan, 1997). No entanto, a primeira geração destes sistemas empregava resinas microparticuladas. Inadequada resistência às forças oclusais, fraturas de margens e cúspides, desgaste oclusal e alteração da cor das restaurações foram os problemas da primeira geração de resinas compostas indiretas.

No início da década de noventa, foi desenvolvida a segunda geração de resinas compostas indiretas. Houve o acréscimo de partículas inorgânicas e aumento da resistência à flexão para valores entre 120MPa e 160MPa (Leinfelder, 1997). No entanto, a segunda geração de resinas compostas indiretas não ofereceu melhorias quanto a resistência ao desgaste e dureza em relação à primeira geração (Mandikos *et al.*, 2001). As propriedades mecânicas das resinas compostas para uso indireto da segunda geração foram consideradas superiores em relação aos materiais para uso direto.

Em cavidades extensas e profundas, que exigem grande quantidade de material restaurador, existe dificuldade para controlar as tensões provenientes da contração de polimerização e fazer com que este apresente adequada conversão de monômeros em polímeros (Versluis *et al.*, 1996). A vantagem da técnica indireta é que a polimerização do material resinoso ocorre em meio extra-oral, geralmente sobre o troquel de gesso que é produzido do molde da cavidade preparada. Não há, portanto, o desenvolvimento de tensões de contração na interface dente/restauração durante a confecção da peça protética (Leinfelder, 1997, Touati & Aidan, 1997, Van Meerbeek *et al.*, 2001). Entretanto, no processo técnico de fixação da prótese na cavidade com cimento resinoso a tensão é gerada, mas em menor intensidade em função do menor volume de resina composta usada na cimentação. Com isso, a infiltração marginal em restaurações produzidas pela técnica indireta é relatada como menor em relação às restaurações feitas pela técnica direta (Robinson *et al.*, 1987).

De acordo com (Peutzfeldt, 2001), as resinas utilizadas para restaurações indiretas possuem composição idêntica aos materiais de uso direto. O diferencial entre os materiais está na polimerização adicional que os materiais para uso indireto são submetidos. A polimerização adicional é realizada por meios auxiliares, tais como: aplicação de calor, pressão, ambientes livre de oxigênio e uso de gases como nitrogênio. O efeito positivo da polimerização adicional no grau de conversão variou entre 6 a 44%. Foi relatado pela a autora que isso não necessariamente significa manutenção das propriedades mecânicas a longo prazo.

No entanto, Leinfelder, em 1997, relatou que a polimerização adicional aumenta o grau de conversão de monômero para polímero e, conseqüentemente, aumenta a resistência ao desgaste e módulo de elasticidade. Peutzfeldt & Asmussen (2000) avaliaram o grau de conversão, desgaste *in vitro*, resistência à tração diametral, resistência à flexão e módulo de elasticidade de duas marcas comerciais de resinas compostas (Z100, 3M e Charisma, Kulzer). O efeito da polimerização adicional no grau de conversão foi verificado para ambas as marcas comerciais, mas, apenas a Charisma teve suas propriedades mecânicas melhoradas. Cesar *et al.*, em 2001, relatou que o efeito do armazenamento em água por 30 dias na resistência à flexão e módulo de elasticidade de quatro marcas comerciais de resinas compostas indireta e uma marca de resina composta para uso direto foi similar e os valores reduziram de maneira semelhante ao longo do armazenamento. Kawano *et al.*, no mesmo ano, submeteram sete marcas de resinas indiretas e uma marca de resina convencional à ciclagem térmica por 5.000, 10.000 e 20.000 ciclos com temperaturas de 4 e 60°C e avaliou a resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza. A resina composta do tipo híbrida mostrou maior resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza do que as resinas microparticuladas. A termociclagem reduziu os valores das propriedades mecânicas de todos os materiais. No entanto, a redução foi menor para as resinas híbridas independente da indicação direta ou indireta. O que determinou

a diferença de comportamento nas resinas compostas foi a quantidade e a distribuição de cargas (Kawano *et al.*, 2001).

Mais recentemente, alguns sistemas passaram a produzir resinas compostas indiretas em blocos, com diversas cores, para serem usinados em máquinas que fazem leitura do desenho da cavidade e desgastam o bloco no formato da restauração. O princípio é semelhante ao das cerâmicas usinadas em sistemas CAD/CAM (*computer-aided design – computer-aided manufacturing*). De acordo com El Zohairy *et al.* (2003), restaurações com a técnica CAD/CAM com blocos de resina composta indireta mostraram maior interação com o cimento resinoso do que blocos de cerâmicas.

2.2 Cimentos odontológicos

Em geral, cimentos odontológicos são materiais que apresentam uma reação química de presa com alteração de seu estado físico de fluido e moldável para um estado em que o material encontra-se rígido. Sua função é prover retenção da superfície interna de restaurações indiretas às irregularidades da estrutura dental, protegendo a margem da estrutura dental remanescente de infiltração de fluidos orais e/ou de bactérias (Burke, 2005).

2.2.1 Cimentos Odontológicos à base de água

Os cimentos à base de água compreendem o grupo de materiais formados pelo cimento à base de fosfato de zinco, cimento à base de poliacarboxilato de zinco, o cimento de ionômero de vidro. Estes materiais utilizam a água para iniciar uma reação do tipo ácido-base, produzindo a presa do material.

O primeiro material fabricado e comercializado para cimentação de próteses foi o cimento à base de fosfato de zinco, sendo por mais de um século material mais popular para a fixação de peças protéticas (de Groot *et al.*, 1980, Rosenstiel *et al.*, 1998, Attar *et al.*, 2003). Estes cimentos são essencialmente

formados por um pó, 90% de ZnO e 10% de MgO, e um líquido composto de ácido fosfórico, água e fosfato de alumínio. A presa do cimento, por meio da reação ácido-base, ocorre entre pó e líquido, faz com que o material resista às tensões mastigatórias (Smith, 1968).

Um grande fator limitante do fosfato de zinco é a sua elevada solubilidade aos fluidos orais e a ausência de adesão química às estruturas dentárias (Rosenstiel *et al.*, 1998). A retenção da peça protética ocorre por meio do preenchimento das irregularidades microscópicas das superfícies interna da peça protética e superfície do dente.

Os cimentos à base de poliacrilato de zinco surgiram na década de 60. À semelhança do cimento de base de fosfato de zinco, o pó possui óxido de zinco e óxido de magnésio e a solução líquida é composta por uma solução de ácido poliacrílico. A mistura dos dois componentes forma a base do cimento de poliacrilato de zinco.

O material possui propriedades de adesão química por meio da interação dos grupos de ácido carboxílico livres com o cálcio do esmalte e da dentina (Smith, 1968). Porém, o comportamento do cimento à base de poliacrilato de zinco em relação à microinfiltração foi considerado similar ao cimento à base de fosfato de zinco (White *et al.*, 1992). Além disso, apresentou propriedades de resistência à compressão e módulo de elasticidade inferior ao cimento à base de fosfato de zinco (Smith, 1983, White, 1993). Dessa forma, a indicação do cimento à base de poliacrilato de zinco ficou restrita às próteses unitárias em regiões de baixa intensidade de forças oclusais (Rosenstiel *et al.*, 1998).

Seguindo a idéia de união química com as estruturas dentárias, no início dos anos 70 surgiu o cimento de ionômero de vidro, gerado da combinação do pó vítreo do silicato com o ácido poliacrílico do cimento poliacrilato de zinco. O pó é formado por partículas de vidro de flúor-alumínio-silicato, que depois de misturado à solução líquida de ácido poliacrílico reage e forma uma massa pseudo-plástica (Rosenstiel *et al.*, 1998).

A base do processo de adesão química às estruturas dentais ocorre pela quelação dos grupos carboxílicos presentes no ácido com os íons cálcio e/ou

fosfato da estrutura dental (Anbar & Farley, 1974, Wilson *et al.*, 1983, Yoshida *et al.*, 2000, Van Meerbeek *et al.*, 2001, Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Foi relatado que a infiltração marginal em coroas metálicas confeccionadas com liga nobre e cimentadas com ionômero de vidro foi menor aos grupos cimentados com o cimento à base de fosfato de zinco (Tjan *et al.*, 1991). No entanto, White *et al.*, 1992, observaram comportamento similar entre estes dois cimentos no mesmo tipo de ensaio. Em 1996, o estudo clínico de Kern *et al.* revelou comportamento similar entre os dois materiais em relação à sensibilidade pós-operatória. White & Yu, 1993 mostraram que o cimento de ionômero de vidro apresenta resistência à compressão e tração diametral superior aos cimentos à base de fosfato de zinco e policarboxilato de zinco.

Yoshida *et al.* (2000), mostrou por espectroscopia de raio X a interação química do ácido poliacrílico com esmalte e hidroxiapatita sintética. No esmalte e na hidroxiapatita sintética foi detectada uma alteração no pico representativo dos grupos carboxílico. Em ambos os substratos testados parte dos grupos carboxílicos do ácido poliacrílico (cerca de 67,5%) encontrava-se reagida. Verificaram ainda que a superfície de ambos os substratos tornou-se rica em cálcio e o conteúdo de fósforo foi reduzido. Para os autores, isto foi um indício de que o elemento fósforo alcançou maior taxa de extração do que o cálcio, o que suporta o mecanismo de troca dos íons fosfatos (PO_4^{3-}) do substrato pelos grupos carboxílicos do ácido. Assim, foi observada uma ligação iônica do cálcio da hidroxiapatita e os grupos carboxílicos do ácido poliacrílico.

2.1.2 Cimentos Odontológicos à base de resina composta

Com base na formulação dos compósitos de resina para uso direto, foram introduzidas as resinas compostas indicadas para a cimentação. Com o conteúdo de carga em volume menor que da resina composta indicada para restauração direta, os materiais denominados cimentos resinosos apresentam baixa viscosidade para poder preencher os espaços microscópicos da superfície interna das restaurações indiretas, fixando-as ao esmalte e dentina. A estrutura

dental necessita ser preparada com um ácido e selada, em seguida, com um adesivo dentinário (Diaz-Arnold *et al.*, 1999, Burke, 2005).

O uso da resina composta no procedimento de cimentação proporcionou vantagens como baixa solubilidade e propriedades mecânicas superiores em relação e aos cimentos à base de água, além de ser um material mais estético (Cheung, 1990, Tyas *et al.*, 2000, Mak *et al.*, 2002) Segundo Burke (2005), os cimentos resinosos são materiais de cimentação ativos, capazes de união com o esmalte, dentina e a superfície da restauração indireta. A dificuldade relacionada ao uso de cimentos resinosos está na técnica de aplicação dos sistemas adesivos às estruturas dentais e às superfícies da cerâmica ou em resina composta indireta.

2.1.3 Cimentos auto-adesivos

Agentes de cimentação resinosos são amplamente utilizados para fixação de peças protéticas. O seu uso, no entanto, precisa ser associado com sistemas adesivos para aplicação em tecidos dentais (De Munck *et al.*, 2004, Reich *et al.*, 2005, Hikita *et al.*, 2006). A técnica de aplicação do material é crítica (Van Meerbeek *et al.*, 2001), sujeita a fatores relativos ao material e ao operador (Frankenberger *et al.*, 2000), que podem levar a ocorrência de sensibilidade pós-operatória e ao insucesso do tratamento restaurador (Mak *et al.*, 2002). Com o propósito de eliminar dificuldades e simplificar a técnica de cimentação, um cimento resinoso baseado na adesão química direta aos tecidos dentais, superfícies cerâmicas e metálicas foi introduzido no mercado em 2002 (Reich *et al.*, 2005).

Denominado de cimento auto-adesivo, o RelyX Unicem, da 3M-ESPE, é um cimento resinoso formado por monômeros metacrilatos modificados por radicais fosfatados, que são responsáveis pela união por meio de ligações iônicas com o Ca^{+2} da estrutura dental e carga inorgânica de dióxido de silício e partículas de flúor-alumínio-silicato (Walter *et al.*, 2005, Gerth *et al.*, 2006, Piwowarczyk *et al.*, 2006). Este material é constituído por um pó e um líquido

aconditionado em cápsulas. Após a remoção da cápsula da embalagem é necessário fazer a pré-ativação para colocar o pó em contato com o líquido e fazer a mistura mecanicamente em um amalgamador (Burke, 2005, Gerth *et al.*, 2006). O baixo valor do pH inicial do material resulta numa leve desmineralização da dentina instrumentada coberta com lama dentinária (Van Meerbeek *et al.*, 2003, De Munck *et al.*, 2004).

De Munck *et al.* (2004) avaliaram a resistência de união do cimento RelyX Unicem ao esmalte e à dentina usando a resina composta indireta MZ100 (3M-ESPE) como material restaurador e compararam com um cimento resinoso Panavia F (Kuraray, Osaka, Japan). O cimento auto-adesivo apresentou valores de resistência de união inferiores em relação ao cimento resinoso Panavia F (35,9MPa) quando aplicados sobre o esmalte (19,6MPa), mas semelhantes para a dentina (15,9MPa). Quando o ácido fosfórico foi aplicado sobre o esmalte previamente à cimentação com o Unicem, os valores foram similares (RelyX Unicem, 35,6MPa e Panavia F 35,4MPa). Porém, o mesmo procedimento executado sobre a dentina resultou na diminuição da resistência de união para 5,9 MPa, portanto muito inferior ao Panavia F. Segundo os autores, a exposição da rede de fibras colágenas preveniu o escoamento do cimento com a zona de dentina não desmineralizada.

Neste mesmo estudo os autores avaliaram a morfologia da interface de união do cimento RelyX Unicem com o esmalte e dentina usando microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Sob MET a *smear layer* foi parcialmente desmineralizada e infiltrada pelo RelyX Unicem. Logo abaixo da *smear layer* uma leve interação com a dentina foi possível ser observada, provavelmente devido à infiltração do monômero ácido. Os túbulos dentinários apresentavam-se ocluídos pelos *smear plugs* e não foi observada presença de *tags* resinosos. Na dentina intacta, sem a presença de *smear layer* como barreira, não foi possível verificar efeito de desmineralização. Foi observado apenas um leve manchamento, em torno de 100 a 200nm, assim como a presença de *tags* de resina. Os autores também relataram que quando o

cimento foi aplicado sobre a estrutura dental com pressão foi observada uma melhor adaptação do material na parede da cavidade.

Em 2005, Walter *et al.* compararam a adesão do cimento RelyX Unicem e Panavia F (Kuraray Medical Inc., Tokyo, Japan) e cimento de ionômero de vidro modificado por resina (FujiCem, GC Corp., Tokyo, Japan) na superfície da dentina coronária e radicular de incisivos centrais bovinos. Os valores de resistência de união, obtidos com o ensaio de microtração, de cada cimento não diferiram na dentina radicular e coronária. No entanto, os autores observaram maiores valores de resistência de união para o RelyX Unicem na coroa (20,2MPa) e na raiz (19,1MPa), em relação ao Panavia F e o cimento de ionômero de vidro modificado por resina.

A adesão às estruturas dentárias sem prévio tratamento é relatada pelos fabricantes como o atrativo do material. De acordo com Gerth *et al.* (2005) o mecanismo de adesão do RelyX Unicem e do cimento resinoso Bisfix (VOCO, Cuxhaven, Germany) à hidroxiapatita sintética ocorre pela interação dos átomos de cálcio da hidroxiapatita sintética com os grupamentos funcionais do cimento RelyX Unicem via ligação iônica. Para o cimento RelyX Unicem 86% de cálcio reagiu e apenas 14% de cálcio não reagiu, enquanto que para o Bisfix o valor percentual de cálcio que reagiu foi menor (65%).

Desde o seu lançamento no mercado o RelyX Unicem foi avaliado quanto a efetividade de união com superfícies de restaurações indiretas (Rosentritt *et al.*, 2004, Hikita *et al.*, 2006, Ibarra *et al.*, 2006). Com relação ao selamento do esmalte e da dentina, os índices são comparáveis ao do cimento resinoso Variolink II associado a sistema adesivo Excite DSC (ambos da Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e melhores do que os cimentos à base de fosfato de zinco (Harvard, De Trey, Dentsply, Konstanz, Germany) e cimento de ionômero de vidro (Fuji CemGC, Tokyo, Japan) quando utilizado para cimentação de *inlays* de ouro e cerâmica à base de dissilicato de lítio (Fabianelli *et al.*, 2005). Ibarra *et al.* (2006) mostraram que a infiltração marginal entre cerâmica à base de leucita e a dentina após cimentação com cimento resinoso RelyX Unicem foi a menor que quando cimentados com cimento resinoso

combinado com adesivo. Entretanto, no esmalte, o cimento RelyX Unicem precisa ser associado com adesivos para minimizar a infiltração marginal. Na avaliação da resistência ao cisalhamento de espécimes de cerâmica à base de zircônia cimentados com diferentes classes de materiais (fosfato de zinco, cimento de ionômero de vidro, cimento resinoso e cimento auto-adesivo), o cimento RelyX Unicem obteve os melhores valores de resistência de união quando associado ao tratamento triboquímico provido pelo sistema Rocatec da 3M-ESPE (Piwowarczyk *et al.*, 2005).

No estudo de Reich *et al.* (2005), a adesão de cimentos RelyX Unicem, Calibra (Dentisply Caulk, York, PA, USA), Variolink II à cerâmica feldspática sob diferentes tratamentos de superfície foi avaliada com o ensaio de resistência ao cisalhamento. Os tratamentos de superfície aplicados sob a cerâmica foram: ácido hidrofúorídrico; aplicação do silano; ácido hidrofúorídrico e silano; ácido hidrofúorídrico, silano e resina fluida. Estas condições foram comparadas com o grupo sem tratamento. Antes de avaliar a resistência ao cisalhamento as amostras foram termocicladas (5 e 55°C) por 5.000 e 10.000 ciclos ou não. O grupo cuja superfície foi tratada com o ácido hidrofúorídrico e o cimento auto-adesivo RelyX Unicem produziu os melhores valores de resistência ao cisalhamento. O cimento auto-adesivo quando usado no grupo sem tratamento de superfície obteve o melhor comportamento depois da termociclagem com 10.000 ciclos. Para os autores, o fator responsável por este resultado foi a característica do monômero ácido de formar ligações de ponte de hidrogênio com a superfície da cerâmica feldspática. Esta característica não ocorre com os outros cimentos avaliados, fazendo com que os diferentes tratamentos de superfície transformassem a cerâmica mais apta a interagir com o cimento.

A presença de monômeros com grupos fosfóricos parece exercer alguma influência na resistência de união de cerâmicas cimentadas com agentes resinosos. No estudo de Luthy *et al.* no ano de 2006, a influência da termociclagem (10.000 ciclos de temperaturas de 5 e 55°C) na resistência ao cisalhamento foi verificada para o cimento de ionômero de vidro Ketac-Cem (3M ESPE, Seefeld, Germany), cimentos resinosos Nexus, RelyX Unicem,

Superbond C&B (Sun Medical, Kyoto, Japan), Panavia F e Panavia 21 utilizados para cimentação em corpos-de-prova de zircônia. A termociclagem causou diminuição dos valores de resistência ao cisalhamento para todos os cimentos exceto para o RelyX Unicem, Panavia F e Panavia 21.

Hikita *et al.* (2006) avaliaram a resistência de união, por meio do ensaio de microtração, de diferentes marcas comerciais de cimentos resinosos cimentando blocos de MZ100 (3M Espe) em esmalte e dentina. Foram utilizados os cimentos Linkmax (GC, Tokyo, Japan), Nexus 2 (Kerr, Orange, CA, USA), Panavia F, RelyX Unicem e Variolink II. Para alguns cimentos foram realizadas modificações no modo de aplicação, o que resultou em mais quatro grupos experimentais. Tais grupos adicionais foram: associação do sistema adesivo Prompt L-Pop (3M ESPE, Seefeld, Germany) e RelyX Unicem; aplicação de condicionamento ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, seguido da aplicação do RelyX Unicem; associação do sistema adesivo Optibond Solo Plus (Kerr, Orange, CA, USA) e cimento resinoso Nexus 2; condicionamento com ácido fosfórico a 40% por 10 segundos associado com o cimento resinoso Panavia F. As médias de resistência de união dos grupos experimentais que empregaram condicionamento ácido, seguido do sistema adesivo e cimento resinoso Nexus 2 (15MPa) e somente o cimento resinoso RelyX Unicem (19,6MPa) foram as menores, apresentando diferenças estatísticas em relação aos outros grupos. Para o RelyX Unicem a aplicação do sistema adesivo Prompt L-Pop resultou no aumento da resistência de união para 23,5MPa, não apresentando diferença estatística em relação ao grupo que aplicou o RelyX Unicem sem tratamento de superfície. Porém, a aplicação do ácido sobre o esmalte representou um aumento do valor de resistência de união (32,5MPa). Este valor não apresentou diferença estatística em relação às condições experimentais que promoveram os maiores valores de resistência de união em esmalte. Quando a adesão à dentina foi avaliada as condições experimentais não foram diferentes umas das outras exceto para os grupos que foram aplicados o Variolink II (1,1MPa) e o RelyX Unicem associado ao condicionamento ácido (5,9MPa). A resistência de união com o teste de microtração para o cimento auto-adesivo na superfície da dentina

resultou em 15,9MPa. Os autores concluíram que o condicionamento ácido na dentina não representa uma condição ideal para a utilização do cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem, mas quando a adesão é em esmalte, o uso do ácido é capaz de promover aumento da resistência de união.

2.3 Tratamento da superfície de estruturas dentais

2.3.1 Sistemas adesivos

Na década de 50, o químico suíço Oscar Hagger desenvolveu o ácido glicerofosfórico dimetacrilato que permitiu aderir resina acrílica à dentina. Em 1952 foi feito o primeiro relato do ácido glicerofosfórico dimetacrilato, aplicado por Mclean e Kramer, sobre a dentina. Foi verificado por microscopia óptica que a região de contato do ácido com a dentina produziu um manchamento com hematoxicilina. Isso levou os autores do estudo a especular que uma reação incomum ocorria entre o material e a dentina (Nakabayashi & Pashley, 2000).

No ano de 1955 Buonocore aplicou ácido fosfórico sobre o esmalte conseguindo aumentar a interação com o material resinoso (Buonocore, 1955). O sucesso deste procedimento fez com que o ácido fosfórico fosse aplicado sobre a dentina, mas com resultados insatisfatórios devido as características inadequadas do umedecimento das resinas disponíveis na época e da falta de conhecimento do substrato (Brudevold *et al.*, 1956).

Em 1982, Nakabayashi *et al.* definiram o termo camada híbrida a partir das observações de que monômeros resinosos, como o 4-META, infiltraram entre as fibrilas colágenas expostas pelo tratamento com a solução ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3%. Camada híbrida, portanto, foi caracterizada como uma zona mista de dentina desmineralizada e resina. Esta camada promoveu um aumento nos valores de resistência de união da resina, permitindo concluir que a união foi obtida pela retenção micro-mecânica dos agentes resinosos com as fibrilas colágenas da dentina intertubular (Nakabayashi *et al.*, 1982).

Essencialmente, o mecanismo de união dos sistemas adesivos está no processo de troca entre o conteúdo mineral da estrutura dental por monômeros resinosos, os quais, após polimerização se tornam entrelaçados microscopicamente nas porosidades criadas sobre a estrutura dental (Van Meerbeek *et al.*, 2001, De Munck *et al.*, 2005). A maneira da remoção de conteúdo mineral das estruturas dentais nos sistemas adesivos caracteriza as estratégias que atualmente são empregadas para aplicação de sistemas adesivos em procedimentos odontológicos. Os dois mecanismos são: convencional, com condicionamento com ácido fosfórico, e adesivo autocondicionante (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

2.3.2 Sistemas adesivos convencionais

A técnica convencional utiliza um ácido, geralmente o fosfórico em concentração de 30 a 40%, que é aplicado sobre o esmalte e a dentina para serem completamente removido pela lavagem com água em seguida. O condicionamento ácido neste tipo de abordagem remove a *smear layer* - camada de esfregaço - produzida durante o preparo cavitário e desmineraliza a dentina subjacente numa profundidade de 3 a 5µm (Perdigão *et al.*, 1996). As fibrilas colágenas perdem boa parte da hidroxiapatita e, portanto, são expostas como uma rede microretentiva para que monômeros do sistema adesivo a preencham na seqüência dos procedimentos operatórios (Hashimoto *et al.*, 2000, Van Meerbeek *et al.*, 2001).

Os adesivos que empregam o condicionamento ácido podem conter duas ou três etapas de aplicação clínica. Sistemas adesivos com três etapas utilizam o condicionamento da superfície dental, aplicação do *primer* e, finalmente, a resina adesiva, também conhecida pelo termo *bond*.

O *primer* é composto por monômeros de baixo peso molecular, dissolvidos em solvente do tipo acetona, álcool ou água, apresentando duas terminações de características opostas, hidrófila com radicais -OH e -COOH para penetração na dentina úmida, e a outra hidrófoba, com terminações =C-H₂,

apropriadas para união com a resina hidrófoba do adesivo. Na dentina o *primer* é responsável por revestir as fibrilas colágenas expostas para posterior infiltração dos monômeros hidrófobos e aumentar a energia de superfície, reduzida após a etapa de aplicação do ácido (De Munck *et al.*, 2005).

As resinas fluidas são compostas por monômeros de características hidrófobas, como o Bis-GMA do cimento resinoso, com função de formar o corpo da camada de adesivo (Van Meerbeek *et al.*, 2001). Sistemas convencionais de duas etapas são apresentações mais simplificadas em que os componentes hidrófilos do *primer* e os componentes hidrófobos do adesivo estão presentes em um único frasco (Frankenberger *et al.*, 2000, Van Meerbeek *et al.*, 2001, Van Meerbeek *et al.*, 2003, De Munck *et al.*, 2005).

Em comum, adesivos convencionais necessitam ser aplicados sobre substrato úmido, evitando qualquer procedimento que provoque a desidratação da dentina. Quando a dentina é desidratada as fibrilas de colágeno sofrem colapamento e permanecem unidas pelas pontes de hidrogênio, impedindo a penetração dos monômeros do adesivo (Pashley *et al.*, 1993, Frankenberger *et al.*, 2000). Diante disso, uma zona de porosidade é formada criando condições para infiltração de fluidos e produtos bacterianos.

2.3.3 Sistemas adesivos autocondicionantes

No início da década de 90, os sistemas autocondicionantes foram desenvolvidos com o propósito de simplificar o procedimento técnico de aplicação clínica dos adesivos. Além disso, proporcionaram a diminuição dos problemas relativos à manutenção e controle da umidade (Watanabe *et al.*, 1990, Watanabe, 1992).

Os adesivos autocondicionantes são compostos por monômeros hidrófilos ácidos e água, contidos em concentrações balanceadas em um frasco (*primer* ácido) que promovem a desmineralização e a infiltração simultânea de monômeros resinosos hidrófilos (Van Meerbeek *et al.*, 2001). No outro frasco, o adesivo, é formado principalmente por monômeros hidrófobos. Os radicais

ácidos são responsáveis pela desmineralização da estrutura dental, enquanto o componente metacrilato da molécula se encarrega da co-polimerização com os monômeros do adesivo e resina composta restauradora (Watanabe *et al.*, 1994). A água é responsável pela ionização dos monômeros ácidos, provendo os íons H_3O^+ , para o condicionamento do conteúdo inorgânico (Salz *et al.*, 2005).

O objetivo dos sistemas adesivos autocondicionantes é promover o condicionamento ácido pela desmineralização superficial da dentina com a difusão simultânea dos monômeros na rede de fibrilas colágenas expostas. Após a aplicação do *primer* ácido, uma leve secagem com jatos de ar comprimido é preconizada para volatilizar o solvente. Em seguida, o adesivo é aplicado sobre a estrutura dental preparada. Dessa forma, o procedimento técnico é menos crítico por não haver envolvimento do controle de umidade como ocorre com as técnicas que preconizam a aplicação do condicionamento ácido (De Munck *et al.*, 2005).

2.4 Tratamento de superfícies de restaurações indiretas

No momento da cimentação adesiva, duas interfaces diferentes são unidas usando uma substância intermediária com baixa viscosidade. Uma interface fica localizada na estrutura dental/cimento resinoso, e a outra interface na superfície interna da prótese/cimento resinoso (Ellakwa *et al.*, 2003, Kamine *et al.*, 2004). Na região de interface a obtenção de uma união estável e duradoura é viabilizada pelo tratamento da superfície interna da peça protética (Latta & Barkmeier, 1994, Shortall *et al.*, 1996, Hummel *et al.*, 1997, Matsumura *et al.*, 1999, Borges *et al.*, 2003, Ellakwa *et al.*, 2003, Kajihara *et al.*, 2003, Soares *et al.*, 2005). Dois tipos de tratamento nas superfícies de restaurações indiretas de metal, resina compostas indiretas e cerâmicas odontológicas são considerados: tratamento mecânico e tratamento químico.

2.4.1 Tratamento mecânico

Até o final da década de 70 as macroretenções eram utilizadas como maneira de se prover retenção da estrutura metálica à resina composta. Este tipo de desenho de estrutura metálica exigia grande quantidade de desgaste de estrutura dental sadia.

As microretenções produzidas com partículas de óxido de alumínio (tamanho variando entre 50 a 100µm) resultam em alterações na morfologia da superfície de ligas nobres e não-nobres, além do aumento da área de contato das próteses (Rochette, 1973). O procedimento é considerado essencial quando o agente de cimentação à base de resina composta é selecionado para cimentação de próteses em ligas nobres e não nobres (Matsumura *et al.*, 1999, Yanagida *et al.*, 2002, Kajihara *et al.*, 2003, Matsumura *et al.*, 2003, Nagano *et al.*, 2004, Shimoe *et al.*, 2004), cerâmicas (Borges *et al.*, 2003, Piwowarczyk *et al.*, 2005, Piwowarczyk *et al.*, 2006, Wolfart *et al.*, 2006) e resinas compostas indiretas (Shortall *et al.*, 1996, Hummel *et al.*, 1997, Lucena-Martin *et al.*, 2001, Peutzfeldt, 2001, Mak *et al.*, 2002, Ellakwa *et al.*, 2003, de Andrade *et al.*, 2006).

2.4.2 Tratamento químico

Somente o tratamento mecânico pode não ser o suficiente para prover retenção ao longo do tempo. Muitas vezes é necessário o uso de substâncias para modificar a composição química superficial das peças protética.

2.4.2.1 Silanos

Silanos fazem parte de um grupo de compostos orgânicos que contêm o átomo silício. São considerados como uma molécula bifuncional com capacidade de unir estruturas com terminações inorgânicas a uma matriz resinosa (Hooshmand *et al.*, 2004, Matinlinna *et al.*, 2004, Foxton *et al.*, 2005, Nagai *et al.*, 2005, Matinlinna *et al.*, 2006). Dentre as superfícies em que são aplicadas

para aumentar e proporcionar adesão por meio químico e físico estão: metal/compósito, cerâmica/compósito, compósito/compósito e compósito/pino de fibra de vidro (Kato *et al.*, 1996, Touati & Aidan, 1997, Matsumura *et al.*, 1999, Ferracane, 2001, Mak *et al.*, 2002, Spohr *et al.*, 2003, Nagano *et al.*, 2004, Foxton *et al.*, 2005).

A união química entre dois tipos de substratos distintos está relacionada com a estrutura molecular do silano (Hooshmand *et al.*, 2004, Matinlinna *et al.*, 2004). A estrutura química é $R'-Si(OR)_3$, onde R' é um grupamento organofuncional, ou seja, um metacrilato que reage com superfícies formadas por compostos resinosos para criação de uma união covalente após polimerização. A função do grupo alquil R é ser hidrolisado a silanol ($SiOH$) para criação de ligação covalente com superfícies compostas por silício (Hayakawa *et al.*, 1992, Soderholm & Shang, 1993, Matinlinna *et al.*, 2004, Matinlinna *et al.*, 2006, Monticelli *et al.*, 2006).

Silanos são usualmente aplicados em restaurações indiretas de cerâmica (Peutzfeldt, 2001, Foxton *et al.*, 2005). A união com a resina ocorre pela reação de polimerização por adição entre grupos metacrilatos à porção orgânica do silano durante a reação de polimerização da resina composta usada para a cimentação. A união com cerâmica ocorre via reação de condensação entre o grupo silanol ($Si-OH$) da superfície da cerâmica e o grupo silanol da molécula hidrolisada do silano, criando uniões siloxanas ($Si-O-Si$), produzindo uma molécula de água como subproduto (Soderholm & Shang, 1993).

Para verificar a efetividade da aplicação do silano sobre superfície de cerâmicas, Spohr *et al.* (2003) avaliaram a resistência de união entre cimento resinoso RelyX ARC e cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS Emprees II, Ivoclar), tratada ou não com o silano pré-hidrolizado (Ceramic Primer, 3M). A aplicação do silano melhorou os resultados de resistência à tração significativamente, independente da condição de tratamento da cerâmica com ácido fluorídrico a 10% ou jateamento com partículas de óxido de alumínio de $50\mu m$ ou $100\mu m$.

Meyer Filho *et al.*, 2004 avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície de cerâmicas na resistência de união entre a cerâmica para infra-estruturas IPS Empress 2 e o cimento resinoso RelyX ARC, com ou sem a aplicação do silano. Quatro blocos de cerâmica à base de dissilicato de lítio foram tratados de acordo com os seguintes grupos: tratamento com ácido fluorídrico a 9,6% e aplicação de silano; aplicação somente do silano; aplicação somente do ácido hidrófluorídrico e, finalmente, grupo controle sem tratamento de superfície. O grupo com a aplicação do ácido seguido do uso do silano foi o que obteve os valores de resistência de união mais altos (56,8MPa) contra o grupo que aplicou apenas o silano (44,8MPa) e o grupo com tratamento com ácido somente (35,1MPa). Hayakawa *et al.* (1992) e Nagai *et al.* (2005) também observaram que o silano aumentou os valores de resistência de união de dois cimentos resinosos na superfície da cerâmica à base de dissilicato de lítio.

A forma de apresentação dos silanos pode ser em um único frasco ou dois frascos. Materiais de um frasco são silanos que já se encontram hidrolisados, ou seja, prontos para reagir com a superfície a ser aplicada. Materiais com dois frascos precisam da mistura dos componentes no momento de aplicação. A hidrólise do silano ocorre no momento da mistura dos frascos (Spohr *et al.*, 2003, Hooshmand *et al.*, 2004).

Anagnostopoulos *et al.* (1993), estudando a composição, reatividade e as interações superficiais de agentes silanos, puderam observar que a efetividade desta molécula pode ser estimada pela quantidade de grupos silanois (sítios ativos pela hidrólise) que estão disponíveis para se ligarem quimicamente com a superfície da cerâmica- grupamentos silanois que estão presente nas cerâmicas à base de silício. Os dois tipos de silanos, os pré-hidrolisados e os não-hidrolisados, mostraram comportamento diferente. Quando os grupos silanois disponíveis para reagir com a superfície da cerâmica foram avaliados, um maior número dessas ligações foi encontrado nos silanos pré-hidrolisados do que nas soluções de silanos não-hidrolisados. A aplicação do silano pré-hidrolisado é mais simples, pois toda a solução encontra-se presente em um único frasco, enquanto que o silano não-hidrolisado está acondicionado em dois frascos, um

contendo o silano e outro uma solução ácida que ativa a reação de hidrólise da molécula. Conseqüentemente, o uso de silanos não-hidrolisados acrescenta uma etapa operatória ao procedimento de cimentação de restaurações indiretas.

No estudo de Hooshmand *et al.* (2004) foi verificado que, quando o silano é usado apropriadamente, a efetividade de união de soluções pré-ativadas de silano baseado no γ -MPTS (metacriloxipropiltrimetoxisilano), ácido acético e etanol não sofreram deterioração. Neste estudo, os autores fizeram uso de uma solução de silano consistindo em volume de 2,5% de γ -MPTS, em solvente de 2,5% de ácido acético e 95% de etanol e mantidas estocadas por 15 minutos, 2 horas, 24 horas, 1 semana, 1 mês, 6 meses e 1 ano. As soluções foram analisadas nos respectivos períodos de tempo pelo teste de FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) por meio de um espectrofotômetro. Cada período de teste consistiu na realização do ensaio de tração com cilindros de Ni/Cr cimentados com cimento resinoso a discos de cerâmica polida. Cinco grupos de superfícies cerâmicas (n=60) foram preparados com a solução de silano pré-ativado e unidos com cimento resinoso. Aplicação do silano com um microbrush por 60 segundos, secagem com ar quente ($55\pm 5^\circ\text{C}$), lavagem com água fervente por 15 segundos e secagem, seguida pela aplicação do cimento resinoso, foram as etapas que os autores empregaram no preparo dos discos de cerâmicas. Cada grupo foi então subdividido em dois subgrupos (n=30) e armazenado sob duas condições diferentes antes de se empregar o teste de tração, sendo a primeira com secagem em temperatura ambiente por 24 horas e a segunda por 24 horas em água fervente. A análise pelo teste de FTIR mostrou que uma completa hidrólise do γ -MPTS ocorreu 24 horas após a mistura, seguido por uma formação mais lenta de oligômeros siloxanos (Si-O-Si). A resistência de união mostrou que não houve diferença estatisticamente significativa entre os períodos de armazenamento da solução de silano, tanto nas condições secas quanto nas condições em que a água fervente foi usada. Entretanto, para cada grupo houve redução do valor de resistência de união após 24 horas em água fervente quando comparado com a condição seca.

O agente silano mais comumente aplicado em laboratórios dentários e nos consultórios é uma substância monofuncional, conhecido como γ -metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPS), diluído quase sempre menos que 2% em peso em uma solução de água-etanol, com pH variando de 4 a 5, ajustado com ácido acético, sendo pré-hidrolizado (Hooshmand *et al.*, 2004, Matinlinna *et al.*, 2004, Perdigo *et al.*, 2006). Entretanto, outras moléculas podem fazer o papel do agente silano, tais como: 3-acriloxipropiltrimetoxissilano e 3-isocianocianatopropiltriethoxissilano.

Tipos de moléculas que compõem o silano foi o assunto de interesse no estudo de Matinlinna *et al.* (2006). Comparações foram feitas para se determinar o efeito da aplicação de três agentes silanos na resistência ao cisalhamento de uma resina à base de Bis-GMA e de uma resina à base de dimetacrilato em uma cerâmica à base de zircônia. Uma solução de 95% em volume de etanol e água deionizada foi preparada e estabilizada por 24 horas. O pH da solução foi ajustado com o acréscimo de ácido acético 1M. Em seguida, soluções a 1% de 3-metacriloxipropilmetoxissilano, 3-acriloxipropiltrimetoxissilano e 3-isocianocianatopropiltriethoxissilano foram preparadas em 50ml das soluções preparadas previamente. Cada solução de silano preparada foi aplicada sobre a cerâmica à base de zircônia, previamente tratada com a cobertura com sílica. Duas condições foram testadas: amostras armazenadas a seco e amostras submetidas à termociclagem (6.000 ciclos de temperaturas variando entre 5 e 55°C). As soluções de 3-metacriloxipropilmetoxissilano e 3-acriloxipropiltrimetoxissilano não apresentaram diferenças estatísticas, mas a solução de 3-isocianocianatopropiltriethoxissilano produziu valores de resistência ao cisalhamento inferior aos dois grupos acima com diferenças estatísticas. A termociclagem reduziu os valores de resistência ao cisalhamento, exceto para a solução de 3-acriloxipropiltrimetoxissilano aplicada sobre a resina à base de dimetacrilato. Os autores concluíram que o uso de soluções de silano com 3-isocianocianatopropiltriethoxissilano não é adequado para se tratar cerâmicas de alto conteúdo cristalino à base de zircônia.

A adesão de restaurações de resina composta indireta ao esmalte e dentina é obtida de maneira similar a técnica direta. No entanto, existem dificuldades no procedimento de cimentação, pois ao lidar com peças protéticas de resina composta é preciso reconhecer que não há a presença de monômeros não reagidos, que poderiam fornecer locais para união química com o cimento resinoso. A polimerização secundária que estes materiais são submetidos aumenta as propriedades resistência ao desgaste, à tensão diametral, resistência à flexão e módulo de elasticidade, além do grau de conversão de monômeros (Shortall *et al.*, 1996, Peutzfeldt & Asmussen, 2000). Diferentes abordagens foram empregadas de maneira melhorar a união da resina composta indireta ao cimento resinoso, tais como aplicação de silano, uso de jateamento com partículas de óxido de alumínio e aplicação de soluções ácidas (ácido fosfórico e ácido hidrofúorídrico).

Silanos podem ser aplicados sobre a superfície das restaurações de resinas compostas indiretas como maneira de aumentar a interação com cimentos resinosos (Tezvergil *et al.*, 2003). No estudo de Swift Jr., *et al.*, em 1992, diversos métodos de tratamento de superfície para resinas compostas indiretas foram avaliados. Como tratamentos de superfícies, os autores utilizaram o ácido hidrofúorídrico a 9,6%, jateamento com partículas de óxido de alumínio e aplicação do silano. Foi concluído que as resinas compostas para restaurações indiretas podem ter sua resistência de união ao esmalte aumentada por meio do jateamento. O uso do silano não apresentou diferença na resistência de união em relação ao grupo em que somente o jateamento com partículas de óxido de alumínio foi empregado.

Resinas compostas indiretas indicadas para CAD/CAM cimentadas aos pares, com ou sem aplicação de silano, foi o tema do estudo de Yoshida *et al.* (2001). A resistência ao cisalhamento foi testada e os autores puderam concluir que as superfícies que foram tratadas com silano mostraram os melhores valores de resistência de união (Yoshida *et al.*, 2001).

El Zohairy *et al.* (2003) investigaram a resistência de união por meio do teste de microtração de blocos de resina composta indireta e cerâmica para

sistemas CAD/CAM. Foram avaliados diversos tratamentos de superfície: aplicação de resina adesiva (1), condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 8% e silanização (2), combinação do condicionamento ácido, silanização e aplicação da resina adesiva (3M Espe). Os tratamentos de superfícies em resina composta indireta e cerâmica foram comparados com grupos controles sem tratamento. As amostras tratadas com resina adesiva e grupo controle sofreram falhas prematuras durante o procedimento de corte para obtenção dos palitos nas cerâmicas. A resistência de união dos grupos de resina composta indireta foi superior à da amostra de cerâmica. Para os autores, a cimentação de restaurações pela técnica CAD/CAM com blocos de resina composta indireta é superior à cimentação de blocos cerâmicos.

No estudo de Ellakwa *et al.* (2003) diferentes tratamentos de superfície na superfície da resina composta indireta Belleglass HP (*Kerr, Orange, USA*) foram avaliados. Três cores opacas (dentina opaca, dentina translúcida, esmalte) foram preparadas como discos denteados sólidos, no caso do grupo A, ou metades cimentadas formando um disco com um entalhe na lateral de sua superfície (grupos B a F). Este conjunto foi posicionado em uma máquina de ensaios mecânicos para que os discos entalhados fossem separados através das forças de tração. Os grupos restantes foram: B, sem tratamento; C, uso do jateamento com partículas de óxido de alumínio (tamanho de 50 μ m); D, espécimes jateados e silanizados antes da cimentação; espécimes jateados e silanizados e armazenados por 1 semana; F, espécimes jateados e tratados com o líquido Artglass (*Hereaus Kulzer, Germany*), uma solução de dimetacrilatos, ésteres de dimetacrilato-ácido e silano. Os autores concluíram que o uso do silano teve um papel muito mais significativo em promover maior resistência de união do que o uso do jateamento, com valores para o grupo D ($13.9 \pm 5.4 \text{ N mm}^{-1}$) sendo superiores aos grupos B ($9.2 \pm 3.7 \text{ N mm}^{-1}$) e C ($7.8 \pm 1.6 \text{ N mm}^{-1}$). A explicação para os melhores valores com o uso do silano foram resultados do seu umedecimento da superfície da resina composta e sua adesão às partículas de carga, expostas pelo jateamento com as partículas de óxido de alumínio (Ellakwa *et al.*, 2003).

2.4.2.2 Condicionador de metal

A simplificação da técnica de adesão de cimentos resinosos à superfície de estruturas dentárias foi conseguida através do desenvolvimento de substâncias ou *primers* para serem aplicados diretamente sobre a estrutura metálica (Suzuki *et al.*, 1999, Nagano *et al.*, 2004). Resinas com características adesivas contendo monômeros com grupamentos ácidos carboxílicos ou fosfóricos são efetivas para união com ligas não-nobres (Tanaka *et al.*, 1986, Matsumura *et al.*, 1990). No entanto, estas resinas não funcionam para ligas nobres, pois o mecanismo de união de monômeros contendo grupamentos funcionais ácidos vem da interação com a camada de óxido, presente nas superfícies de ligas não-nobres.

Para as ligas nobres restavam, portanto, três abordagens. A primeira era pela formação de uma camada de óxido via aplicação de altas temperaturas ou pela deposição de óxidos com a deposição eletrolítica, para em seguida, as superfícies serem tratadas com os *primers* contendo monômeros de grupamentos ácidos, carboxílicos ou fosfóricos (Ozcan *et al.*, 1998). A segunda abordagem era via deposição de uma camada de sílica sobre a superfície metálica, que em seguida era tratada com o silano. Estas formas de tratamento promoviam adequada união entre as ligas nobre e cimentos resinosos, mas requeriam equipamento especial e tempo de produção alto, além disso, a aplicação destas técnicas era tida como complexa (Matsumura *et al.*, 1999).

Primers contendo átomos de enxofre foram desenvolvidos para reação química com superfície das ligas nobres, uma vez que os grupamentos funcionais destas substâncias possuem alta afinidade com o metal da liga nobre (Matsumura *et al.*, 1999, Suzuki *et al.*, 1999, Matsumura *et al.*, 2000, Kajihara *et al.*, 2003, Nagano *et al.*, 2004, Yoshida *et al.*, 2005a, Yoshida *et al.*, 2005b).

O uso de espectroscopia de Raman por Suzuki *et al.* (1999) foi útil para estudar o processo de adsorção do VBATDT (6-4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-triazino-2,4-ditiol), monômero que contém enxofre e muito utilizado nos *primers* próprios para ligas de metais nobres. Este tipo de ensaio permite a

análise das características estruturais de ligações químicas, dos elementos que formam uma molécula, por exemplo. Quando o VBATDT entra em contato com a superfície do ouro, ocorrem alterações na molécula do monômero. Foi demonstrado no estudo que esta molécula é alterada do tipo tione para tiol. As ligações duplas entre o enxofre e o carbono na extremidade da molécula são perdidas e ligações entre enxofre e hidrogênio são formadas (grupos mercaptos). Logo em seguida, o enxofre perde o hidrogênio e se une com o ouro.

A extremidade da molécula contendo enxofre fica unida à superfície do ouro. Um grupo vinilbenzil, seguido pelo grupo polimerizável vinil se sucede. O grupo vinil fica, então, exposto e pode copolimerizar com monômero resinoso. Dessa maneira, a união química da liga nobre a monômeros que contem enxofre e cimento resinoso ocorre.

A molécula de MDP tem sido empregada para efetuar união química do cimento resinoso com cerâmicas de alto conteúdo cristalino (Hummel & Kern, 2004, Yoshida *et al.*, 2004, Wolfart *et al.*, 2006, Yoshida *et al.*, 2006). Tais materiais cerâmicos não possuem a fase vítrea que contem silício, por isso, alternativas foram testadas para se desenvolver uma união química entre o material cerâmico e o cimento resinoso. A aplicação de materiais contendo MDP resulta em maiores valores de resistência de união com o cimento resinoso.

Kern & Thompson (1995) verificaram a efetividade da aplicação de monômeros com grupamentos à base de fosfato para tratamento de superfície de cerâmicas à base de alumina infiltradas por vidro. Uma vez que estas cerâmicas possuem composição diferente das cerâmicas à base de sílica, não há como o silano agir com a respectiva superfície. No estudo desenvolvido por estes autores, a resistência à tração, de cerâmicas tratadas de diferentes maneiras (jateamento com partículas de óxido de alumínio, aplicação de dois sistemas triboquímicos, aplicação de silano, uso de cobertura de sílica em forno, aplicação de cimentos contendo MDP) foi avaliada. Foi utilizado com um cimento resinoso à base de Bis-GMA. As condições foram: amostras armazenadas por 1 dia; amostras armazenadas por 30 dias em soluções de saliva artificial e

ciclagem térmica com 7.500 ciclos com temperaturas variando entre 5 e 55°C; amostras armazenadas por 150 dias em soluções de saliva artificial, seguido pela ciclagem térmica. Assim, foi verificada uma união estável para os tratamentos triboquímico nas cerâmicas cimentadas com cimento resinoso convencional à base de Bis-GMA e para as condições experimentais que fizeram uso do jateamento com partículas de óxido de alumínio e cimento resinoso à base monômeros com grupamentos fosfatos. Tais tratamentos foram considerados como uma opção clínica viável para a cimentação de cerâmicas à base de alumina infiltradas por vidro (Kern & Thompson, 1995).

Marcas comerciais de produtos (cimentos e sistemas adesivos) com o MDP em sua composição são capazes de produzir valores de resistência de união superiores aos produtos baseados em outros monômeros resinosos após serem submetidos ao envelhecimento artificial.

Isso foi verificado no estudo de Blatz *et al.* (2004). Mais especificamente, o objetivo dos autores foi testar a resistência ao cisalhamento de diferentes combinações de silanos e cimentos resinosos após teste de termociclagem com 12.000 ciclos (5 e 60°C de temperatura). As superfícies da Procera AllZircon (Nobel Biocare, Gothenborg, Sweden), uma cerâmica de alto conteúdo cristalino à base de zircônia, tratada com jateamento com partículas de óxido de alumínio, foram cimentadas com diferentes cimentos resinosos. O cimento resinoso RelyX ARC foi aplicado juntamente com o sistema adesivo Single Bond (3M Espe) e agente silano (Ceramic Primer). Panavia F foi aplicado em associação com sistema adesivo Clearfil SEBond e o silano Porcelain Bond Activator (ambos da Kuraray). Foram determinados dois grupos em que os dois cimentos resinosos foram aplicados após tratamento da superfície com Clearfil SE Bond. O grupo controle designado pelos autores consistiu da aplicação do cimento resinoso Panavia F sem tratamento de superfície. Os períodos de teste foram de 3 dias após o procedimento de cimentação e 180 dias após a cimentação, seguido pelo teste de termociclagem. O emprego da termociclagem mais o período de armazenamento reduziram os valores de resistência ao cisalhamento de todas as condições experimentais. Os produtos formados por MDP foram os

que produziram os maiores valores de resistência de união após o desafio da termociclagem e armazenamento (Blatz *et al.*, 2004).

No estudo de Yoshida *et al.* (2004) a resistência ao cisalhamento de dois agentes para cimentação adesiva, um contendo MDP e outro contendo UDMA (uretano dimetacrilato), em amostras de cerâmica de óxido de zircônio com pureza de 99,9%. Foram testados *primers* indicados para o reparo de restaurações metálicas e um *primer* experimental contendo zirconato e MDP. Os melhores resultados obtidos foram com as amostras cimentadas com cimento contendo MDP associados ao *primer* à base de zirconato e MDP. No estudo de Hummel & Kern (2004), a resistência à tração entre cerâmica à base de alumina (Procera, Nobel Biocare) e cimentos resinosos foi avaliada. Foi conseguida uma união mais estável com associação de jateamento com partículas de óxido de alumínio e cimento resinoso Panavia 21 (Kuraray, Osaka, Japan), composto por monômeros MDP, e Variolink II após aplicação do condicionador de metal Alloy Primer (Kuraray, Osaka, Japan) ou silano Monobond S (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Yoshida *et al.* (2005) utilizaram o teste de resistência ao cisalhamento para estudar o efeito da aplicação do MDP e do zirconato com diferentes concentrações, separadamente e misturados, sobre a superfície de cerâmicas à base de zircônio, que foram cimentadas com cimento resinoso dual. Estes tratamentos foram comparados com a aplicação de um agente silano. Metade dos espécimes foi armazenada em recipientes com água a 37°C por 24 horas. A outra metade foi submetida à termociclagem por 10.000 ciclos antes do ensaio de resistência ao cisalhamento ser executado. Foi observado aumento da resistência de união quando MDP, zirconato ou a mistura destes dois materiais foram aplicados sobre a superfície das cerâmicas à base de zircônia, em relação à aplicação do agente silano. O grupo formado pela combinação de 2% de MDP e 1% de zirconato apresentou o maior valor de resistência ao cisalhamento, não apresentando diferença significativa após o procedimento de termociclagem. Foi sugerido pelos autores que o MDP e o zirconato formaram união química com a superfície das cerâmicas à base de zircônia.

3. PROPOSIÇÃO

Cimentos auto-adesivos têm sido indicados para aplicação direta sobre as estruturas dentais e na superfície de restaurações indiretas em metal, cerâmica e resina composta sem tratamento prévio, como forma de simplificar a técnica de cimentação de próteses. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união do cimento auto-adesivo à superfície de uma resina composta indicada para restaurações indiretas e avaliar o padrão e a morfologia da fratura após o ensaio de tração. As hipóteses testadas foram:

1. O tipo de tratamento de superfície da resina composta indireta (tratamento mecânico e/ou tratamento químico) pode influenciar a resistência de união do cimento auto-adesivo com a superfície da resina composta indireta;
2. Armazenamento em água por período de 48 horas e 40 dias pode influenciar a resistência de união do cimento auto-adesivo com a superfície da resina composta indireta.

4. MATERIAIS E MÉTODO

4.1. Materiais

Para a realização deste estudo foram utilizados uma resina composta indireta pré-polimerizada, um cimento resinoso auto-adesivo, um condicionador de metal e um agente para silanização pré-hidrolisado (Quadro 1).

Quadro 1

Marcas comerciais, composições, lotes e fabricantes dos materiais usados no estudo*

Material	Composição	Nº do lote	Fabricante
RelyX Unicem	Pó: Partícula de vidro flúor-alumínio-silicato, Sílica silanizada, Hidróxido de cálcio, Iniciadores para auto-reação (Sulfonato tolueno de sódio, Acetato de cobre), Dióxido de Titânio, Pigmentos. Líquido: Éster do ácido fosfórico, metacrilato, Dimetacrilatos, Iniciadores de auto-reação (Derivados do ácido barbitúrico, Sulfato de peróxido de sódio), Canforoquinona.	216138, 204934	3M ESPE, Seefeld, Germany
Paradigm MZ100	Monômeros BIS-GMA, TEGDMA, partículas de carga zirconia/sílica (tamanho de 3,5 a 0,01µm)	2710A2	3M ESPE, St. Paul, MN, USA
Alloy Primer	Acetona, 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP), 6-(4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-trizaino-2,4ditiol) VBATDT	00171A	Kuraray America Inc.
Ceramic Primer	Etanol, 3-Trimetoxisililpropilmetacrilato	2721	3M ESPE, St. Paul, MN, USA

*Informações obtidas dos fabricantes

4.2 Método

4.2.1 Preparação dos espécimes em resina composta MZ100

Catorze blocos com forma cilíndrica de resina composta pré-polimerizada (MZ100), medindo 15mm de altura e 10mm de diâmetro (Figura 1), foram seccionados no sentido transversal usando um disco impregnado com diamante (Série 15LC Diamante - Isomet Buehler–Microstructural Analysis Division, Lake Bluff, Illinois, 60044–USA) posicionado em uma cortadeira de precisão (Isomet 100 – Buehler Ltd., Lake bluuff, IL, USA), sob velocidade de 600 rpm e irrigação constante com água.



Figura 1- Bloco de MZ100

Foram obtidos quarenta e dois discos com 4mm de espessura e 10mm de diâmetro. Cada disco de resina composta MZ100 foi polido em ambos os lados utilizando lixas de carbureto de silício com granulação 400 e 600 (Carborundum Abrasivos, Recife, PE, Brasil) sob irrigação à água e pressão manual com o objetivo de promover rugosidade padrão em todas as superfícies. Após esta etapa, todos os discos de resina composta foram limpos em água corrente e sob ultra-som com água deionizada (Unique Indústria e Comércio de Produtos Eletrônicos LTDA, São Paulo - SP – Brasil) por 10 minutos. Depois disso, foram armazenados em água deionizada até o momento da realização do experimento.

4.2.2. Distribuição dos espécimes nos grupos experimentais

Os discos de resina composta indireta MZ100 foram aleatoriamente distribuídos em cinco grupos experimentais contendo 8 discos cada um.



Figura 2- Cápsula contendo o material RelyX Unicem

No Grupo 1 (RU), as superfícies de resina composta indireta MZ100 não receberam tratamento. Apenas receberam secagem com jatos de ar comprimido por 10 segundos. Dessa forma, os 4 pares de discos foram preparados para procedimento de cimentação com RelyX Unicem. Em seguida, uma cápsula do cimento RelyX Unicem (Figura 2) foi removida da embalagem de alumínio e inserida em um dispositivo (ativador), que pressionado por 2 segundos permitia o extravasamento do líquido para o compartimento que continha o pó (Figura 3 e 4). Em seguida, a cápsula foi removida do dispositivo ativador e inserida em um dispositivo porta-cápsula conectado em equipamento mecânico vibratório (Ultramat 2, SDI BRASIL, Indústria e Comércio, LTDA), tipo amalgamador, para efetuar a mistura do pó com o líquido (Figura 5). O processo de mistura foi feito durante 15 segundos, com frequência de trituração de 4600 oscilações por minuto.

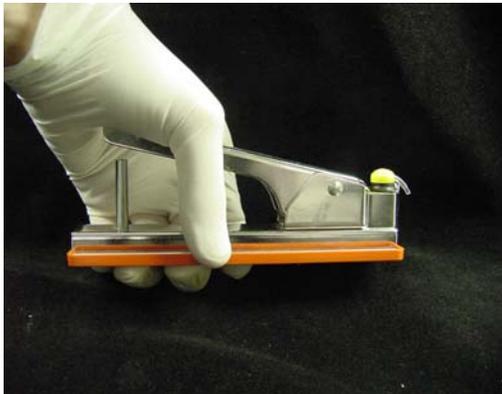


Figura 3- Cápsula de RelyX Unicem posicionada no ativador

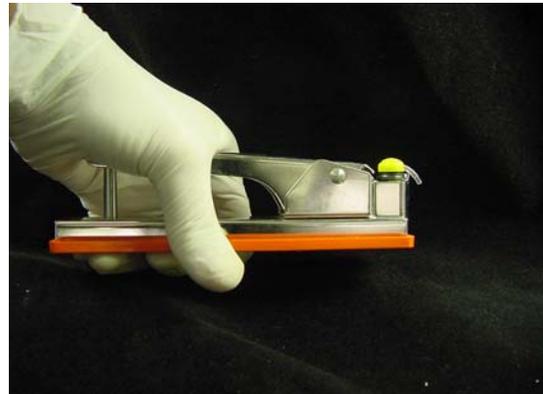


Figura 4- Ativador pressionado

Concluída esta fase, a cápsula foi inserida em um dispositivo denominado aplicador (Aplicap -3M ESPE - Figura 6) e a ponta da cápsula foi direcionada para a superfície do disco de resina composta indireta MZ100. Com movimentos seguidos no braço do dispositivo Aplicap, todo o conteúdo de cimento foi extravasado para a superfície do disco de resina composta MZ100 (Figura 7).



Figura 5- Cápsula de RelyX Unicem posicionada no amalgamador mecânico

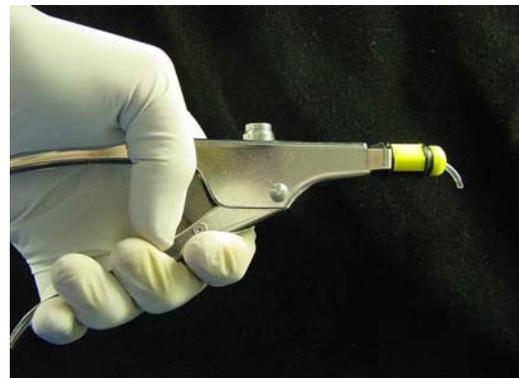


Figura 6- Cápsula de Rely X Unicem posicionada no Aplicap para aplicação do cimento

Na seqüência, um outro disco de resina composta indireta MZ100 foi posicionado sobre cimento e pressionado manualmente. Em seguida, o conjunto formado pelos discos fixados com o cimento RelyX Unicem foi posicionado em um dispositivo mecânico, onde foi aplicada carga de 600g por 10 segundos. Os excessos de cimento extravasados foram removidos com espátula número 1, para em seguida, efetuar a fotoativação do cimento. Para

isso, a ponta ativa do aparelho fotoativador (Curing Light XL 3000, 3M ESPE) foi posicionada na região de união resina composta/cimento e emitida a luz visível com intensidade $650\text{mW}/\text{cm}^2$, aferida previamente com Radiômetro (Model 100, Curing Radiometer, Demetron Research Corp., Danbury, CT, USA), por 40 segundos. O mesmo procedimento foi repetido na região oposta do conjunto cimentado (Figura 8).



Figura 7 - Aplicação do cimento Rely X Unicem sobre a superfície da resina composta MZ100



Figura 8- Discos de MZ 100 obtidos após secção do blocos (1). Discos cimentados com o RelyX Unicem (2)

No Grupo 2 (OAI + RU), as superfícies dos discos de resina composta indireta MZ100 foram submetidas a jatos de partículas de óxido de alumínio com tamanho de $50\mu\text{m}$ (Óxido de alumínio, Bio Art Equipamentos Odontológicos, LTDA), contidas em um aparelho Microetcher Model II (Danville Engineering Inc.), por um período de 10 segundos sob pressão de 2 bar. A ponta do aparelho foi posicionada perpendicularmente à superfície do disco de resina composta indireta a uma distância de 10 mm. Após a fase do jateamento, cada disco foi lavado por 30 segundos em água corrente e por 10 segundos com *spray* de ar/água. Em seguida, os discos foram secados por 10 segundos com ar comprimido e o procedimento de cimentação ocorreu da mesma forma descrita para o grupo 1.

No grupo 3 (ALLP + RU), as superfícies de resina composta indireta MZ100 foram secas por 10 segundos com jatos de ar comprimido. O condicionador de metal Alloy Primer (Figura 9) foi aplicado sobre a superfície de cada disco de MZ 100 com o auxílio de um pincel tipo microbrush por 10

segundos. A superfície foi deixada secar por 60 segundos. Em seguida, um jato de ar comprimido foi aplicado suavemente por 15 segundos sobre a superfície tratada. O procedimento de cimentação foi conduzido da mesma forma descrita para o grupo 1.



Figura 9- Ilustração do condicionador de metal Alloy Primer.



Figura 10- Ilustração fotográfica do silano pré-ativado Ceramic Primer

No grupo 4 (OAI + ALLP + RU), as superfícies dos discos de resina composta indireta MZ100 foram jateadas com partículas de óxido de alumínio (50 μm) seguindo a maneira descrita para o grupo 2. Após a etapa do jateamento, cada disco foi lavado por 30 segundos em água corrente e por 10 segundos com *spray* ar/água. Em seguida, foi efetuada a secagem dos discos com ar comprimido por 10 segundos e o Alloy Primer foi aplicado sobre a superfície de cada disco. O procedimento de cimentação foi conduzido da mesma forma descrita para o grupo 1.

No grupo 5 (OAI + Si + RU), as superfícies dos discos de resina composta indireta MZ100 foram jateadas com partículas de óxido de alumínio (50 μm). Logo em seguida, os discos foram lavados por 30 segundos em água corrente, seguido por mais 10 segundos com *spray* ar/água e secagem com 10 segundos com ar comprimido. O Ceramic primer (silano pré-ativado - Figura 10) foi aplicado, com o auxílio de um pincel tipo microbrush, por 10 segundos sobre cada superfície do disco de MZ100. A superfície foi deixada secar por 60 segundos e, em seguida, foi efetuada a secagem por 15 segundos com ar comprimido. Após o tratamento com silano, o procedimento de cimentação foi conduzido da mesma forma descrita no grupo 1.

Após o procedimento de cimentação, todos os conjuntos foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24 horas. Cada grupo foi formado por 4 conjuntos de pares de disco cimentados.

4.2.3 Obtenção dos corpos-de-prova

Cada par de disco de resina indireta MZ100 cimentado foi posicionado em uma placa de acrílico. Godiva (Godiva Bastão Tipo I, Kerr Corporation, USA) plastificada foi aplicada ao redor da amostra e na placa de acrílico de modo a fixar os discos cimentados. Este conjunto foi levado à cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000 – Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), onde executou-se a secção das amostras de MZ100 cimentadas usando um disco impregnado com diamante (Série 15LC Diamante - Isomet Buehler–Microstructural Analysis Division, Lake Bluff, Illinois, 60044–USA) em fatias de aproximadamente 0,8mm de espessura a uma velocidade de corte de 600rpm, sob irrigação abundante de água. Em seguida, o conjunto fatiado foi novamente envolvido por godiva previamente aquecida e a base acrílica recolocada na máquina, em posição invertida em 90° em relação à posição inicial. O conjunto foi seccionado perpendicularmente ao primeiro corte, sob irrigação com água.

Cerca de 30 corpos-de-prova com forma de palitos, com 0,8mm² de área, foram obtidos em cada par de resina composta indireta cimentada. Os palitos foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24 horas. Em seguida o ensaio de tração foi conduzido. De cada par de disco cimentado foram selecionados cinco palitos de forma aleatória para cada condição experimental. Dessa forma, foram avaliados vinte corpos-de-prova por grupo (n=20).

4.2.4 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi conduzido em dois períodos de tempo: 48 horas e 40 dias após o procedimento de cimentação dos discos de resina composta indireta MZ100. Para a realização do ensaio de tração, foi usado o dispositivo de

Geraldelli, o qual foi acoplado na máquina universal de ensaio (Instron 4411, Corona, CA, USA) utilizando uma célula de carga de 500N (Static Load Cell – Instron). Com o auxílio de uma pinça clínica cada corpo-de-prova foi individualmente colocado no dispositivo de Geraldelli (Figura 11) e fixado com cola à base de cianocrilato em gel (Super Bond Gel – Locite Brasil LTDA) associada a um acelerador de presa Zapit (DVA, Corona).



Figura 11- Corpo-de-prova fixado no dispositivo de Geraldelli.

O ensaio de tração foi conduzido à velocidade de 0,5mm/min até a ruptura do corpo-de-prova, obtendo-se valores de resistência de união em quilogramas-força. A conversão dos valores em Mega Pascal foi realizada após a mensuração da área de secção transversal dos espécimes com um paquímetro digital eletrônico (Starret 727 – Starret Industria e Comércio LTDA – Itu – SP – Brasil) de acordo com a seguinte fórmula:

$$\left[\frac{\text{Valor da resistência em quilograma-força}}{(\text{Área do espécime em cm}^2 / 100)} \right] \times 0,0098 = \text{Valor em MPa}$$

Os valores em MPa da resistência de união foram submetidos à Análise de Variância sob dois Critérios e ao Teste de Tukey, em nível de significância de 5%. Os fatores considerados foram os tratamentos de superfície em 5 níveis e os períodos de armazenamento em 2 níveis.

4.2.5 Padrão de fratura

O padrão de fratura de todos os corpos-de-prova fraturados no ensaio de tração foi avaliado. Para isso, ambas as extremidades de cada corpo-de-prova rompido foram fixados em “*stubs*” de alumínio com auxílio de fita de carbono dupla face (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034-USA) e desidratados por 2 horas no interior de um recipiente contendo sílica gel. Em seguida, os corpos-de-prova receberam cobertura de ouro/paládio em um metalizador (Balzers, modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 – Germany) e foram observados em microscópio eletrônico de varredura (JEOL-5600 LV, Japão) a uma aceleração de voltagem de 15 KV, WD= 30mm e spotsize 30nm.

Os padrões de fratura foram classificados de acordo com as seguintes categorias: Tipo 1, falha adesiva; Tipo 2, fratura coesiva no cimento resinoso RelyX Unicem; Tipo 3, fratura mista (fratura coesiva no agente de cimentação e adesiva); Tipo 4, falha coesiva na resina composta indireta MZ100.

5. RESULTADOS

5.1 Resistência de união e padrão de fratura

Utilizando a análise de variância a dois-fatores (Tabela 1), os efeitos do “tratamento de superfície” e “tempo de armazenamento” foram avaliados separadamente, bem como a interação entre eles. Os valores foram transformados segundo a raiz de $(X + 0)$ e submetidos ao teste Tukey, em nível de significância de 5%.

Tabela 1- Análise de variância dois fatores com os valores transformados segundo raiz de $(X+0)$.

CAUSA DA VARIAÇÃO	G.L	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
TEMPO	1	0,9740635	0,9740635	1,9866	0,15659
TRATAMENTO	4	21,4283360	5,357084	10,9258	0,00001
TEMPO*TRATAMENTO	4	4,6037076	1,1509269	2,3473	0,05514
RESÍDUO	190	93,1594621	0,490313		
TOTAL	199	120,1655692			

Média geral = 6,469863; coeficiente de variação = 10,82%;

De acordo com a Análise de Variância apresentada na Tabela 1, o fator “tempo” ($p=0,15659$) não apresentou diferença significativa. O fator tratamento apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,00001$) e a interação entre os fatores “tempo” e “tratamento” também foi considerada significativa ($p=0,05514$). O teste de Tukey, com nível de significância de 5%, foi aplicado e as médias e os desvios-padrão estão apresentados na Tabela 2 e na figura 12.

De acordo com a Tabela 2, no período de 48 horas, os grupos 1 (RU = 45,48MPa), 2 (OAI+RU = 47,17MPa) e 5 (OAI+Si+RU = 45,84MPa), não apresentaram valores de resistência de união diferentes estatisticamente entre si ($p>0,05$) e foram superiores e estatisticamente diferente em relação aos grupos tratados com o condicionador de metais (3, ALL+RU = 36,16MPa e 4, OAI+ALLP+RU = 41,68MPa). Estes últimos não apresentaram diferença estatística entre si ($p>0,05$).

Tabela 2- Valores médios de resistência de união (MPa) entre cimento auto-adesivo e a superfície da resina composta indireta submetida ou não ao tratamento químico e/ou mecânico

Tratamentos	48 horas	40 dias
Grupo 1 RU	45,48 (9,86) Aa	48,07 (9,97) Aa
Grupo 2 OAI + RU	47,17 (8,67) Aa	42,56 (8,97) ABa
Grupo 3 ALLP + RU	36,16 (6,68) Ba	37,84 (9,6) BCa
Grupo 4 OAI + ALLP + RU	41,68 (10,14) Ba	34,17 (9,42) Cb
Grupo 5 OAI + Si + RU	45,84 (7,41) Aa	45,59 (8,22) Aa

**Médias seguidas de letras distintas (maiúscula – coluna e minúscula – linha) diferem entre si, pelo teste de Tukey (p <0,05).
() = desvio padrão**

Da mesma forma, no período de tempo de 40 dias os grupo 3 (com média de 37,84MPa) e 4 (com média de 34,17MPa) não apresentaram diferenças estatísticas entre si e apresentaram valores de resistência de união inferiores quando comparados aos demais grupos (1, 2 e 5). Apenas o grupo 3 (ALL+RU) não apresentou diferença estatística e relação ao grupo 2 (OAI+RU).

O armazenamento em água deionizada por 40 dias produziu redução nos valores médios de resistência de união apenas para o grupo 4 (OAI+ALLP+RU = 34,17MPa) que foi estatisticamente significante em relação ao valor do período de teste de 48 horas (41,68MPa).

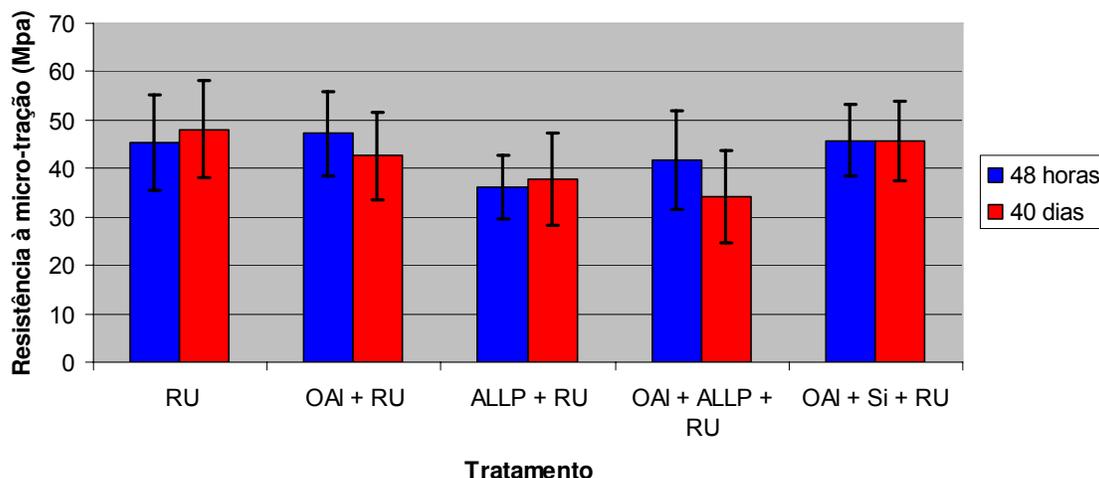


Figura 12: Ilustração gráfica das médias de resistência de união e desvio-padrão dos grupos experimentais nos dois períodos (48 horas e 40 dias)

5.2 Padrão de fratura

A tabela 3 e a figura 13 evidenciam os padrões de fratura que ocorreram nos espécimes avaliados após 48 horas de armazenamento. Os padrões de fratura encontrados com maior frequência foram do tipo 1 (fratura adesiva) no grupo G1 (RU), tipo 2 (coesiva no cimento auto-adesivo) nos grupos 2 (OAI+RU), 3 (ALLP+RU), 4 (OAI+ALLP+RU) e 5 (OAI+Si+RU). Fraturas do tipo mista (coesiva no cimento auto-adesivo e adesiva) foram observadas em menor frequência nos grupos 2, 3, 4 e 5.

Tabela 3- Registro dos padrões de fratura após 48 horas de armazenamento

Grupos	Tipo 1	Tipo 2	Tipo 3	Tipo 4
G1	14	3	3	0
G2	0	18	2	0
G3	1	13	6	0
G4	1	13	6	0
G5	2	15	3	0

Distribuição do padrão de fraturas

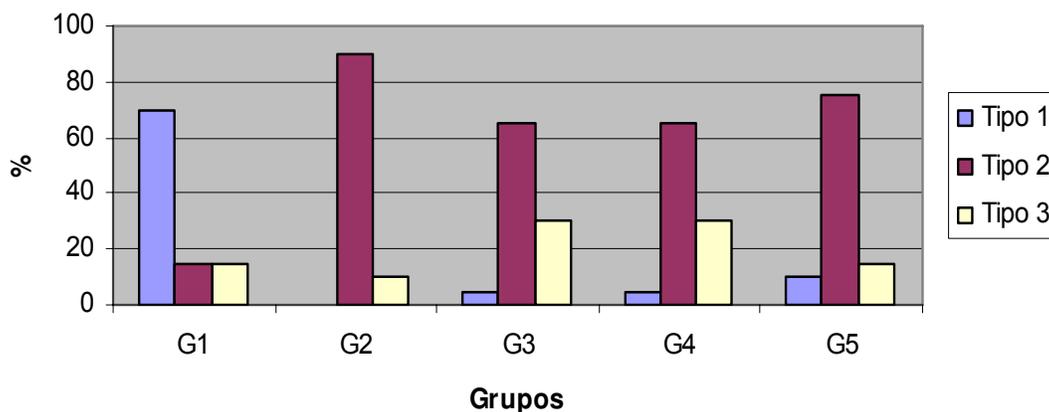


Figura 13- Ilustração gráfica da distribuição dos padrões de fratura dos grupos testados em 48 horas. Tipo 1- fratura adesiva; Tipo 2- fratura coesiva no cimento; Tipo 3- fratura mista

A tabela 4 e a figura 14 evidenciam os padrões de fratura que ocorreram nos espécimes testados após 40 dias de armazenamento em água. Os padrões de fratura encontrados com maior frequência foram do tipo 2 (coesiva no cimento auto-adesivo) e do tipo 3 (mista - fratura coesiva no agente de cimentação e adesiva). Falhas do tipo 1 (fratura adesiva) foram observadas em menor frequência nos grupos 1, 2 e 3. O padrão de fratura do tipo 4 (coesiva na resina composta indireta MZ100) não foi observado.

Os três tipos de padrão de fraturas observados no estudo estão demonstrados nas figuras 15 e 16.

Tabela 4- Registro dos padrões de fratura após 40 dias de armazenamento em água.

Grupos	Tipo 1	Tipo 2	Tipo 3	Tipo 4
G1	7	6	7	0
G2	2	15	3	0
G3	4	5	11	0
G4	0	18	2	0
G5	0	19	1	0

Distribuição do padrão de fraturas

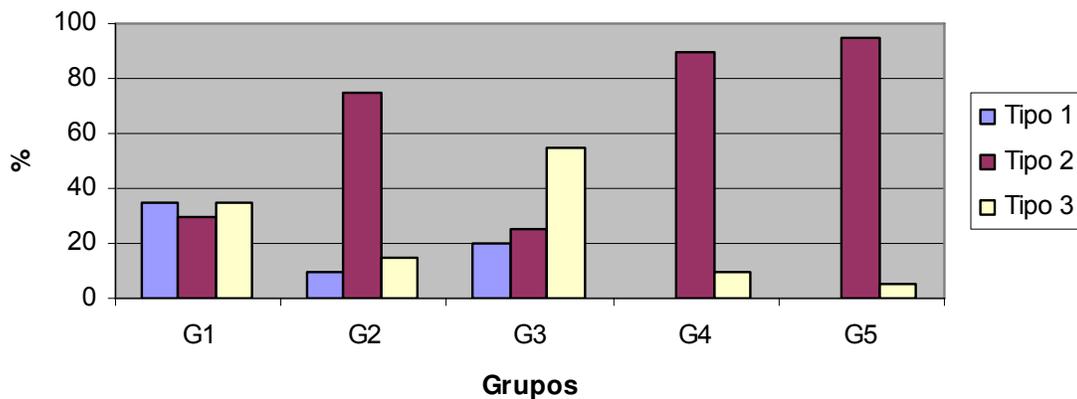


Figura 14- Gráfico da distribuição dos padrões de fratura dos grupos testados em 40 dias de armazenamento. Tipo 1- fratura adesiva; Tipo 2- fratura coesiva; Tipo 3- fratura mista

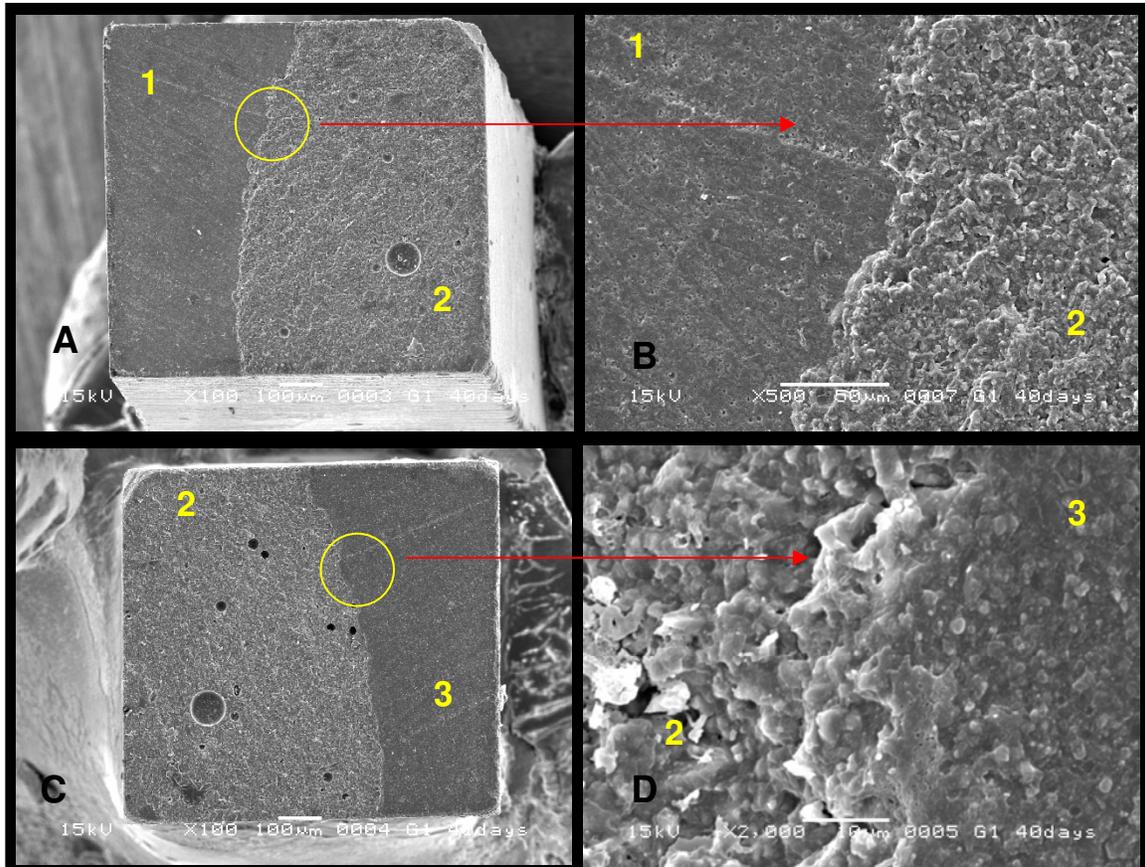


Figura 15- Imagem em MEV (microscopia eletrônica de varredura) de um corpo-de-prova fraturado classificado como padrão misto (combinação de fratura adesiva na interface restauradora e coesiva no cimento): as imagens (A) e (C) representam corpos-de-prova homólogos. A região (1) representa a superfície da resina composta indireta MZ100. Notar a presença de riscos provenientes da aplicação da lixa de número 600. Nas imagens obtidas é possível visualizar a região (2) que mostra a fratura coesiva do cimento resinoso auto-adesivo. A imagem (B) apresenta um maior aumento da imagem (A) na região marcada com o círculo amarelo. Notar a diferença na morfologia da superfície da resina MZ100 (1) com aspecto mais regular e o cimento auto-adesivo, com aspecto mais irregular (2). A superfície visualizada na imagem (C) mostra dois aspectos morfológicos do cimento resinoso auto-adesivo. Enquanto a região (2) representa a falha coesiva do cimento, (3) representa o aspecto da superfície do cimento deslocado da MZ100. A imagem (D) apresenta um maior aumento da imagem (C).

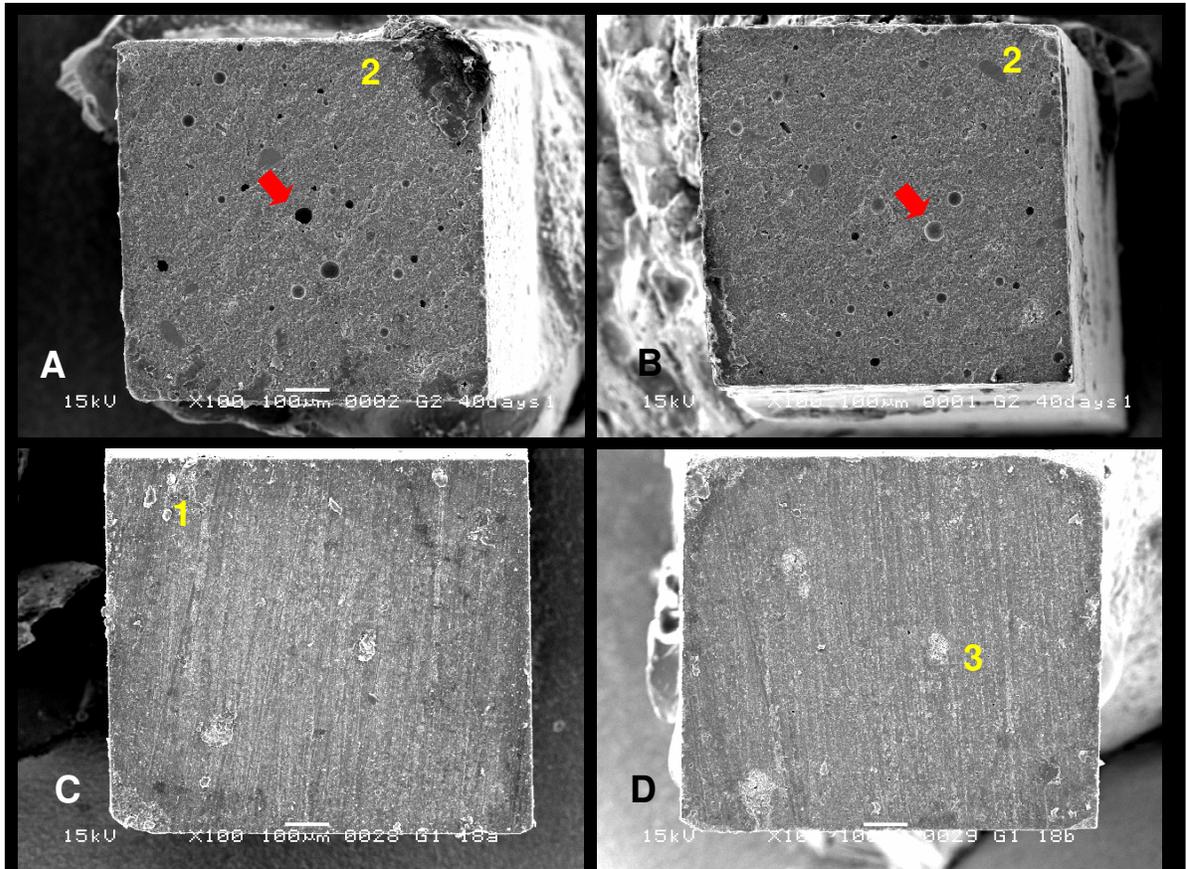


Figura 16- Imagem em MEV de (A) e (B), representam corpos-de-prova homólogos caracterizando fratura coesiva no cimento auto-adesivo (padrão 2). A superfície representada por (2) representa a falha coesiva do cimento. Notar a presença de bolhas indicadas pelas setas vermelhas ao longo da superfície das imagens (A) e (B). Imagem em MEV de (C) e (D), representam corpos-de-prova homólogos caracterizando fratura do tipo adesiva (padrão 1). A superfície da resina MZ100 (1) é mostrada na imagem (C). A imagem (D) mostra a superfície do cimento deslocado (3) da interface restauradora.

6. DISCUSSÃO

O desenvolvimento de materiais restauradores indiretos que apresentam multiplicidade de cores e proporcionam a similaridade estética dos dentes naturais tem contribuído para as alterações dos agentes para cimentação. Tanto as restaurações cerâmicas quanto as restaurações em resina composta são fixadas nas estruturas dentais remanescentes do preparo da cavidade por meio da tecnologia adesiva usando cimento resinoso associado aos sistemas adesivos. Nesta tecnologia, é recomendado o pré-tratamento das superfícies dentais (esmalte e dentina) e da superfície da restauração.

Este estudo utilizou a resina composta pré-polimerizada indicada para ser trabalhada pelo sistema CAD/CAM e tem sido apresentada como alternativa às cerâmicas usináveis por causa de vantagens como facilidade para conseguir forma anatômica, acabamento e polimento. Além disso, apresenta a resistência ao desgaste semelhante ao da dentição natural e facilidade no assentamento da restauração com melhor qualidade no contato proximal e do ajuste oclusal no meio bucal (Hikita, *et al.*, 2006). Como agente de cimentação, foi utilizada a específica formulação do RelyX Unicem com a intenção de produzir união na superfície de uma resina composta indireta sem tratamento prévio.

Dessa forma, no grupo 1 o cimento auto-adesivo foi aplicado sem qualquer tratamento de superfície na resina indireta MZ100. Este grupo registrou valores médios de resistência de união de 45,48MPa e 48,07MPa no período de teste de 48 horas e 40 dias pós a cimentação, respectivamente. A única ação mecânica produzida na superfície da resina composta indireta foi feita por meio da lixa de granulação 600. Provavelmente, as irregularidades deixadas pela lixa 600 aumentaram a área de retenção que contribuiu com a resistência de união. Entretanto, a adesão por meio químico também pode ter ocorrido. As duplas ligações que não reagiram dos radicais dimetacrilatos da composição do RelyX Unicem podem copolimerizar-se com os radicais acrílicos existentes na superfície da restauração de MZ100. Embora, o número de duplas ligações de carbono seja pequeno para copolimerização com os radicais do cimento

resinoso, o efeito de uma polimerização secundária é variável de material para material, segundo Peutzfeldt & Asmussen (2000). No caso específico do material RelyX Unicem, componentes da formulação como éster do ácido fosfórico metacrilato tem capacidade de produzir uma interação física/química com a superfície da resina composta MZ100. As moléculas de grupamento fosfato presentes no RelyX Unicem têm afinidade química para prover ligações de hidrogênio com os grupos hidroxilas presentes na superfície da resina composta MZ100, cujos componentes inorgânicos principais são silício e zircônio. Este tipo de interação não acontece quando os cimentos resinosos a base de Bis-GMA são utilizados dessa mesma forma (Reich, et al. 2005).

Peutzfeldt, em 2001, aconselhou a utilização do tratamento mecânico da superfície da resina composta indireta por meio de jatos com óxido de alumínio como forma para suplementar o tratamento químico e aumentar a resistência de união com cimentos resinosos. Neste estudo, o jateamento da superfície da resina composta MZ100 com óxido de alumínio (50µm) não alterou estatisticamente o resultado de resistência de união com o cimento auto-adesivo RelyX Unicem obtido apenas com a aplicação da lixa de granulação 600. Isto é indicativo de que, além da retenção mecânica, a interação química do RelyX Unicem por meio do grupo fosfato com a superfície da resina composta MZ100 é possível, conforme sugere Reich *et al.*, 2005 que relatou uma situação semelhante na superfície de cerâmica feldspática.

O método comumente recomendado (Jateamento com óxido de alumínio + Silano) também não resultou em valores estatisticamente superiores em relação ao grupo que não utilizou tratamento ou o grupo em que somente jateamento com óxido de alumínio foi usado, tanto em 48 horas como 40 dias pós - cimentação com o RelyX Unicem. Embora, a aplicação do silano não tenha produzido um real aumento na resistência de união, é possível que a silanização tenha inibido a degradação da união, como explicou Peutzfeldt, em 2001. Esta estabilização se estendeu, pelo menos até 40 dias, período de avaliação deste estudo. A distribuição do tipo de fratura caracterizou claramente esta ação do jateamento com óxido de alumínio seguido da aplicação do silano. Para o grupo

1, na qual não foi utilizado tratamento na superfície da resina composta MZ100, o tipo de fratura predominante foi adesiva (70% nas primeiras 48 horas; e, 35% após 40 dias de cimentação), com presença de pequenas ilhotas de Rely X Unicem unida no substrato, conforme mostra a Figura 16C e 16D. Também é visível a presença de bolhas no corpo do cimento Rely X Unicem (Figura 16A e 16B), que confirma a sugestão De Munck *et al.*, 2004 de aplicar pressão no momento de proceder a cimentação. Por outro lado, no grupo 2, onde foi aplicado o jateamento com óxido de alumínio e no grupo 5, na qual sobre a superfície jateada foi aplicado o silano, o tipo de fratura foi coesiva no cimento, com mais 75% de predominância nos dois períodos avaliados. O efeito positivo do silano está na característica hidrófila inicial produzida na superfície da resina composta indireta que permite um melhor umedecimento por parte o cimento RelyX Unicem, que no momento da reação química entre o pó e o líquido, também tem característica hidrófila. Além disso, os grupos funcionais do silano podem gerar ligações covalente com o silício e o zircônio, elementos metálicos, que são as partículas inorgânicas presentes na superfície da resina composta MZ100 e foram expostas pelo jateamento com o óxido de alumínio, conforme explicou Matinlinna *et al.* (2004).

A redução nos valores de resistência de união ocorrida nos grupos onde foi aplicado o condicionador de metais Alloy Primer na superfície da resina composta indireta (grupo 3) e o mesmo *primer* na superfície previamente jateada com o óxido de alumínio (grupo 4), em comparação aos demais grupos avaliados, tanto em 48 horas como em 40 dias, pode ser explicada pela presença do monômero VBATDA contido no Alloy Primer. Estes monômeros apresentam grupamentos funcionais hidrófilos e estão em solução com a acetona. O monômero VBATDT apresenta na extremidade da molécula um radical que contém enxofre e é específico para produzir união com superfícies de ligas nobres (Suzuki *et al.*, 1999, Matsumura *et al.*, 2000, Nagano *et al.*, 2004, Shimoe *et al.*, 2004, Yoshida *et al.*, 2005a, Yoshida *et al.*, 2005b). Assim, pode-se especular duas situações que contribuíram para a redução da resistência de união da resina composta com o cimento auto-adesivo. Inicialmente, a

propriedade hidrófila desse monômero é incompatível com a característica hidrófoba da resina composta indireta e impede em parte o completo umedecimento da superfície. Além disso, a polimerização dos monômeros metacrilatos presentes no cimento pode ser interrompida pelo enxofre presente no grupo funcional tiol do condicionador Alloy primer (Yoshida, *et al.*, 2005a, Yoshida, *et al* 2005b). Nestes dois grupos o tipo de fratura predominante foi coesiva no cimento Rely X Unicem (65%). Provavelmente monômero VBATDT tenha inibido em parte a reação química, provocando uma polimerização deficiente do cimento auto-adesivo e causado a queda da resistência de união por enfraquecimento coesivo do Rely X Unicem.

Os resultados deste estudo indicam que o jateamento da superfície da resina composta indireta MZ100 seguido ou não pela silanização pode ser suficiente para o sucesso clínico do cimento auto-adesivo Rely X Unicem. No entanto, a utilização do cimento auto-adesivo sem a associação de tratamento de superfície resultou em valores de resistência de união satisfatórios o que viabiliza o uso da técnica mais simplificada no momento da cimentação de próteses em resina composta indireta.

7. CONCLUSÃO

A partir dos resultados relatados, pode-se concluir:

1. A aplicação do cimento auto-adesivo sem tratamento de superfície foi capaz de promover valores de resistência de união comparáveis aos grupos que fizeram uso de tratamento mecânico e silano. O condicionador de metal contendo o VBATDT foi o único tratamento químico que reduziu os valores médios de resistência de união do cimento auto-adesivo na superfície da resina composta pré-polimerizada indireta. O tipo de fratura predominante foi do tipo 2 (fratura coesiva no cimento auto-adesivo) nos grupos 2 e 5 e tipo 1 (fratura na interface) no grupo 1. Os grupos 3 e 4 que fizeram uso do Alloy Primer, apresentaram fraturas do tipo coesivo no cimento auto-adesivo (tipo 2).

2. O armazenamento em água no período de quarenta dias produziu redução nos valores de resistência de união entre o cimento auto-adesivo e a superfície da resina composta indireta apenas quando o condicionador de metal Alloy Primer foi usado no tratamento químico.

8. REFERÊNCIAS

3M Espe, SG. Technical da seet: Espertise Rely X Unicem 2002.

Anagnostopoulos, T, Eliades, G, Palaghias, G. Composition, reactivity and surface interactions of three dental silane primers. *Dent Mater.* 1993; 9(3): 182-90.

Anbar, M, Farley, EP. Potential use of organic polyphosphonates as adhesives in the restoration of teeth. *J Dent Res.* 1974; 53(4): 879-88.

Anusavice, K. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.

Attar, N, Tam, LE, McComb, D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(2): 127-34.

Behr, M, Rosentritt, M, Regnet, T, Lang, R, Handel, G. Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-ried systems. *Dent Mater.* 2004; 20(2): 191-7.

Blatz, MB, Sadan, A, Martin, J, Lang, B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent.* 2004; 91(4): 356-62.

Borges, GA, Sophr, AM, de Goes, MF, Sobrinho, LC, Chan, DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(5): 479-88.

Brudevold, F, Buonocore, M, Wileman, W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res.* 1956; 35(6): 846-51.

Buonocore, MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955; 34(6): 849-53.

Burke, FJ. Trends in indirect dentistry: 3. Luting materials. *Dent Update.* 2005; 32(5): 251-4, 7-8, 60.

Cheung, GS. Reducing marginal leakage of posterior composite resin restorations: a review of clinical techniques. *J Prosthet Dent.* 1990; 63(3): 286-8.

Davidson, CL, de Gee, AJ, Feilzer, A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res.* 1984; 63(12): 1396-9.

de Andrade, OS, de Goes, MF, Montes, MA. Marginal adaptation and microtensile bond strength of composite indirect restorations bonded to dentin treated with adhesive and low-viscosity composite. Dent Mater. 2006;

de Groot, K, de Visser, AC, Driessen, AA, Wolke, JG. Improved cements containing phosphate polymers. J Dent Res. 1980; 59(9): 1493-6.

De Munck, J, Van Landuyt, K, Peumans, M, Poitevin, A, Lambrechts, P, Braem, M, *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. J Dent Res. 2005; 84(2): 118-32.

De Munck, J, Vargas, M, Van Landuyt, K, Hikita, K, Lambrechts, P, Van Meerbeek, B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. Dent Mater. 2004; 20(10): 963-71.

Diaz-Arnold, AM, Vargas, MA, Haselton, DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. J Prosthet Dent. 1999; 81(2): 135-41.

El Zohairy, AA, De Gee, AJ, Mohsen, MM, Feilzer, AJ. Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and composite blocks. Dent Mater. 2003; 19(7): 575-83.

Ellakwa, AE, Shortall, AC, Burke, FJ, Marquis, PM. Effects of grit blasting and silanization on bond strengths of a resin luting cement to Belleglass HP indirect composite. Am J Dent. 2003; 16(1): 53-7.

Fabianelli, A, Goracci, C, Bertelli, E, Monticelli, F, Grandini, S, Ferrari, M. In vitro evaluation of wall-to-wall adaptation of a self-adhesive resin cement used for luting gold and ceramic inlays. J Adhes Dent. 2005; 7(1): 33-40.

Feilzer, AJ, De Gee, AJ, Davidson, CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. J Dent Res. 1987; 66(11): 1636-9.

Ferracane, J. New polymer resins for dental restoratives. Operative dentistry , 2001,. 2001; Supplement(6): 199-209.

Foxton, RM, Nakajima, M, Tagami, J, Miura, H. Effect of acidic pretreatment combined with a silane coupling agent on bonding durability to silicon oxide ceramic. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2005; 73(1): 97-103.

Frankenberger, R, Kramer, N, Petschelt, A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. Oper Dent. 2000; 25(4): 324-30.

Gerth, HU, Dammaschke, T, Zuchner, H, Schafer, E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater.* 2006; 22(10): 934-41.

Hashimoto, M, Ohno, H, Kaga, M, Endo, K, Sano, H, Oguchi, H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res.* 2000; 79(6): 1385-91.

Hayakawa, T, Horie, K, Aida, M, Kanaya, H, Kobayashi, T, Murata, Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater.* 1992; 8(4): 238-40.

Hikita, K, Van Meerbeek, B, De Munck, J, Ikeda, T, Van Landuyt, K, Maida, T, *et al.* Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2006;

Hooshmand, T, van Noort, R, Keshvad, A. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. *Dent Mater.* 2004; 20(7): 635-42.

Hummel, M, Kern, M. Durability of the resin bond strength to the alumina ceramic Procera. *Dent Mater.* 2004; 20(5): 498-508.

Hummel, SK, Marker, V, Pace, L, Goldfogle, M. Surface treatment of indirect resin composite surfaces before cementation. *J Prosthet Dent.* 1997; 77(6): 568-72.

Ibarra, G, Johnson, GH, Geurtsen, W, Vargas, MA. Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement. *Dent Mater.* 2007; Feb; 23(2):218-25.

Kajihara, H, Suzuki, S, Kurashige, H, Minesaki, Y, Tanaka, T. Bonding abutments to cast metal post/cores: comparison of pre-treatment effects. *J Oral Rehabil.* 2003; 30(2): 119-24.

Kato, H, Matsumura, H, Tanaka, T, Atsuta, M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J Prosthet Dent.* 1996; 75(2): 163-8.

Kawano, F, Ohguri, T, Ichikawa, T, Matsumoto, N. Influence of thermal cycles in water on flexural strength of laboratory-processed composite resin. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(8): 703-7.

Kern, M, Thompson, VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent.* 1995; 73(3): 240-9.

Komine, F, Tomic, M, Gerds, T, Strub, JR. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(4): 359-64.

Latta, MA, Barkmeier, WW. Bond strength of a resin cement to a cured composite inlay material. *J Prosthet Dent.* 1994; 72(2): 189-93.

Leinfelder, KF. New developments in resin restorative systems. *J Am Dent Assoc.* 1997; 128(5): 573-81.

Lucena-Martin, C, Gonzalez-Lopez, S, Navajas-Rodriguez de Mondelo, JM. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent.* 2001; 86(5): 481-8.

Mak, YF, Lai, SC, Cheung, GS, Chan, AW, Tay, FR, Pashley, DH. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. *Dent Mater.* 2002; 18(8): 609-21.

Mandikos, MN, McGivney, GP, Davis, E, Bush, PJ, Carter, JM. A comparison of the wear resistance and hardness of indirect composite resins. *J Prosthet Dent.* 2001; 85(4): 386-95.

Matinlinna, JP, Heikkinen, T, Ozcan, M, Lassila, LV, Vallittu, PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater.* 2006; 22(9): 824-31.

Matinlinna, JP, Lassila, LV, Ozcan, M, Yli-Urpo, A, Vallittu, PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont.* 2004; 17(2): 155-64.

Matsumura, H, Kamada, K, Tanoue, N, Atsuta, M. Effect of thione primers on bonding of noble metal alloys with an adhesive resin. *J Dent.* 2000; 28(4): 287-93.

Matsumura, H, Taira, Y, Atsuta, M. Adhesive bonding of noble metal alloys with a triazine dithiol derivative primer and an adhesive resin. *J Oral Rehabil.* 1999; 26(11): 877-82.

Matsumura, H, Tanoue, N, Yanagida, H, Atsuta, M, Koike, M, Yoneyama, T. Adhesive bonding of super-elastic titanium-nickel alloy castings with a phosphate metal conditioner and an acrylic adhesive. *J Oral Rehabil.* 2003; 30(6): 653-8.

Matsumura, H, Yoshida, K, Tanaka, T, Atsuta, M. Adhesive bonding of titanium with a titanate coupler and 4-META/MMA-TBB opaque resin. *J Dent Res.* 1990; 69(9): 1614-6.

Mazer, RB, Leinfelder, KF. Evaluating a microfill posterior composite resin. A five-year study. *J Am Dent Assoc.* 1992; 123(4): 32-8.

Meyer Filho, A, Vieira, LC, Araujo, E, Monteiro Junior, S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. J Prosthodont. 2004; 13(1): 28-35.

Mitra, SB, Wu, D, Holmes, BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. J Am Dent Assoc. 2003; 134(10): 1382-90.

Monticelli, F, Toledano, M, Osorio, R, Ferrari, M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. Dent Mater. 2006; 22(11): 1024-8.

Nagai, T, Kawamoto, Y, Kakehashi, Y, Matsumura, H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. J Oral Rehabil. 2005; 32(8): 598-605.

Nagano, K, Tanoue, N, Atsuta, M, Koizumi, H, Matsumura, H. Effect of noble metal adhesive systems on bonding between an indirect composite material and a gold alloy. J Oral Sci. 2004; 46(4): 235-9.

Nakabayashi, H, Pashley, DH. Quintessence Editora LTDA; 2000.

Nakabayashi, N, Kojima, K, Masuhara, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. J Biomed Mater Res. 1982; 16(3): 265-73.

Ozcan, M, Pfeiffer, P, Nergiz, I. A brief history and current status of metal-and ceramic surface-conditioning concepts for resin bonding in dentistry. Quintessence Int. 1998; 29(11): 713-24.

Pashley, DH, Ciucchi, B, Sano, H, Horner, JA. Permeability of dentin to adhesive agents. Quintessence Int. 1993; 24(9): 618-31.

Perdigao, J, Gomes, G, Lee, IK. The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. Dent Mater. 2006; 22(8): 752-8.

Perdigão, J, Lambrechts, P, van Meerbeek, B, Tome, AR, Vanherle, G, Lopes, AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. Dent Mater. 1996; 12(4): 262-71.

Peutzfeldt, A. Indirect resin and ceramic systems. Operative dentistry , 2001., 2001; Supplement 6(153-76).

Peutzfeldt, A, Asmussen, E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. J Dent. 2000; 28(6): 447-52.

Piowarczyk, A, Bender, R, Ottl, P, Lauer, HC. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. *Dent Mater.* 2006;

Piowarczyk, A, Lauer, HC, Sorensen, JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent.* 2005; 30(3): 382-8.

Reich, SM, Wichmann, M, Frankenberger, R, Zajc, D. Effect of surface treatment on the shear bond strength of three resin cements to a machinable feldspathic ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2005; 74(2): 740-6.

Robinson, PB, Moore, BK, Swartz, ML. Comparison of microleakage in direct and indirect composite resin restorations in vitro. *Oper Dent.* 1987; 12(3): 113-6.

Rochette, AL. Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. *J Prosthet Dent.* 1973; 30(4): 418-23.

Rosenstiel, SF, Land, MF, Crispin, BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent.* 1998; 80(3): 280-301.

Rosentritt, M, Behr, M, Lang, R, Handel, G. Influence of cement type on the marginal adaptation of all-ceramic MOD inlays. *Dent Mater.* 2004; 20(5): 463-9.

Salz, U, Zimmermann, J, Zeuner, F, Moszner, N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2005; 7(2): 107-16.

Shimoe, S, Tanoue, N, Yanagida, H, Atsuta, M, Koizumi, H, Matsumura, H. Comparative strength of metal-ceramic and metal-composite bonds after extended thermocycling. *J Oral Rehabil.* 2004; 31(7): 689-94.

Shortall, AC, Baylis, RL, Wilson, HJ. Composite inlay/luting resin bond strength--surface treatment effects. *J Dent.* 1996; 24(1-2): 129-35.

Smith, DC. A new dental cement. *Br Dent J.* 1968; 124(9): 381-4.

Smith, DC. Dental cements. Current status and future prospects. *Dent Clin North Am.* 1983; 27(4): 763-92.

Soares, CJ, Soares, PV, Pereira, JC, Fonseca, RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent.* 2005; 17(4): 224-35.

Soderholm, KJ, Shang, SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. *J Dent Res.* 1993; 72(6): 1050-4.

Spohr, AM, Sobrinho, LC, Consani, S, Sinhoreti, MA, Knowles, JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont*. 2003; 16(3): 277-82.

Suzuki, M, Fujishima, A, Miyazaki, T, Hisamitsu, H, Kojima, K, Kadoma, Y. A study on the adsorption structure of an adhesive monomer for precious metals by surface-enhanced Raman scattering spectroscopy. *Biomaterials*. 1999; 20(9): 839-45.

Suzuki, S, Leinfelder, KF, Kawai, K, Tsuchitani, Y. Effect of particle variation on wear rates of posterior composites. *Am J Dent*. 1995; 8(4): 173-8.

Suzuki, S, Suzuki, SH, Cox, CF. Evaluating the antagonistic wear of restorative materials when placed against human enamel. *J Am Dent Assoc*. 1996; 127(1): 74-80.

Swift, EJ, Jr., Brodeur, C, Cvitko, E, Pires, JA. Treatment of composite surfaces for indirect bonding. *Dent Mater*. 1992; 8(3): 193-6.

Tanaka, T, Fujiyama, E, Shimizu, H, Takaki, A, Atsuta, M. Surface treatment of nonprecious alloys for adhesion-fixed partial dentures. *J Prosthet Dent*. 1986; 55(4): 456-62.

Tezvergil, A, Lassila, LV, Vallittu, PK. Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J Dent*. 2003; 31(8): 521-5.

Tjan, AH, Peach, KD, VanDenburgh, SL, Zbaraschuk, ER. Microleakage of crowns cemented with glass ionomer cement: effects of preparation finish and conditioning with polyacrylic acid. *J Prosthet Dent*. 1991; 66(5): 602-6.

Touati, B, Aidan, N. Second generation laboratory composite resins for indirect restorations. *J Esthet Dent*. 1997; 9(3): 108-18.

Tyas, MJ, Anusavice, KJ, Frencken, JE, Mount, GJ. Minimal intervention dentistry--a review. FDI Commission Project 1-97. *Int Dent J*. 2000; 50(1): 1-12.

Van Meerbeek, B, De Munck, J, Yoshida, Y, Inoue, S, Vargas, M, Vijay, P, *et al*. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003; 28(3): 215-35.

Van Meerbeek, B, Vargas, M, Inoue, S, Yoshida, Y, Peumans, M, Lambrechts, P, *et al*. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Operative dentistry*, 2001, . 2001; supplement 6(119-44).

Versluis, A, Douglas, WH, Cross, M, Sakaguchi, RL. Does an incremental filling technique reduce polymerization shrinkage stresses? *J Dent Res.* 1996; 75(3): 871-8.

Walter, R, Miguez, PA, Pereira, PN. Microtensile bond strength of luting materials to coronal and root dentin. *J Esthet Restor Dent.* 2005; 17(3): 165-71; discussion 71.

Watanabe, I. Photocured bonding agents to ground dentin. *J Jpn Dent.* 1992; 11(955-42).

Watanabe, I, Nakabayashi, N, Pashley, DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res.* 1994; 73(6): 1212-20.

Watanabe, I, Nikaido, T, Nakabayashi, N. [Effect of adhesion promoting monomers on adhesion to ground dentin]. *Shika Zairyo Kikai.* 1990; 9(6): 888-93.

Wendt, SL, Jr., Leinfelder, KF. Clinical evaluation of Clearfil photoposterior: 3-year results. *Am J Dent.* 1992; 5(3): 121-5.

White, SN. Adhesive cements and cementation. *J Calif Dent Assoc.* 1993; 21(6): 30-7.

White, SN, Sorensen, JA, Kang, SK, Caputo, AA. Microleakage of new crown and fixed partial denture luting agents. *J Prosthet Dent.* 1992; 67(2): 156-61.

White, SN, Yu, Z. Compressive and diametral tensile strengths of current adhesive luting agents. *J Prosthet Dent.* 1993; 69(6): 568-72.

Wilson, AD, Prosser, HJ, Powis, DM. Mechanism of adhesion of polyelectrolyte cements to hydroxyapatite. *J Dent Res.* 1983; 62(5): 590-2.

Wolfart, M, Lehmann, F, Wolfart, S, Kern, M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater.* 2006;

Yanagida, H, Matsumura, H, Taira, Y, Atsuta, M, Shimoe, S. Adhesive bonding of composite material to cast titanium with varying surface preparations. *J Oral Rehabil.* 2002; 29(2): 121-6.

Yoshida, K, Kamada, K, Atsuta, M. Effects of two silane coupling agents, a bonding agent, and thermal cycling on the bond strength of a CAD/CAM composite material cemented with two resin luting agents. *J Prosthet Dent.* 2001; 85(2): 184-9.

Yoshida, K, Tsuo, Y, Atsuta, M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 77(1): 28-33.

Yoshida, K, Yamashita, M, Atsuta, M. Zirconate coupling agent for bonding resin luting cement to pure zirconium. *Am J Dent.* 2004; 17(4): 249-52.

Yoshida, T, Miyazaki, M, Hirohata, N, Moore, BK. Influence of metal conditioner contamination of the dentin surface on bond strengths of dentin adhesive systems using self-etching primers. *Oper Dent.* 2005a; 30(3): 359-67.

Yoshida, T, Yamaguchi, K, Tsubota, K, Takamizawa, T, Kurokawa, H, Rikuta, A, *et al.* Effect of metal conditioners on polymerization behavior of bonding agents. *J Oral Sci.* 2005b; 47(4): 171-5.

Yoshida, Y, Van Meerbeek, B, Nakayama, Y, Snauwaert, J, Hellemans, L, Lambrechts, P, *et al.* Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res.* 2000; 79(2): 709-14.

ANEXOS

Anexo I. Quadro com os valores do período de teste de 48 horas

Sem tratamento

grupo	Amostra	X	Y	KgF		area em mm2	Mpa
G1	1	0,84	0,81	3,32		0,6804	47,91652
G1	1	0,96	0,89	2,73		0,8544	31,37711
G1	1	0,85	0,96	3,24		0,816	38,99118
G1	1	0,9	0,85	3,2		0,765	41,07712
G1	1	0,81	0,96	2,93		0,7776	37,0018
G1	2	0,8	0,79	4,2		0,632	65,25949
G1	2	0,96	0,82	3,53		0,7872	44,03532
G1	2	0,93	0,93	4,42		0,8649	50,1843
G1	2	0,82	0,92	3,97		0,7544	51,67736
G1	2	0,97	0,93	5,05		0,9021	54,97284
G1	3	0,88	0,86	2,88		0,7568	37,36998
G1	3	0,86	0,83	2,36		0,7138	32,46736
G1	3	0,91	0,8	2,38		0,728	32,10385
G1	3	0,84	0,92	2,74		0,7728	34,81729
G1	3	0,88	0,85	3,49		0,748	45,81791
G1	4	0,84	0,89	4,37		0,7476	57,40155
G1	4	0,85	0,91	3,47		0,7735	44,05352
G1	4	0,85	0,93	3,9		0,7905	48,44782
G1	4	0,86	0,79	4,07		0,6794	58,82749
G1	4	0,85	0,91	4,4		0,7735	55,86037
Média		0,8305	0,832	3,3125		0,72722	42,68999

Jateamento com óxido de alumínio + RelyX Unicem

G2	1	0,67	0,78	2,98		0,5226	55,99617
G2	1	0,72	0,66	3,16		0,4752	65,30135
G2	1	0,78	0,8	3,41		0,624	53,66378
G2	1	0,88	0,93	2,93		0,8184	35,15714
G2	1	0,86	0,9	3,1		0,774	39,33075
G2	2	0,88	0,96	3,4		0,8448	39,52178
G2	2	0,68	0,88	3,58		0,5984	58,74933
G2	2	0,86	0,96	2,45		0,8256	29,14123
G2	2	0,84	0,88	3,35		0,7392	44,50352
G2	2	0,78	0,88	3,32		0,6864	47,49767
G2	3	0,8	0,87	3,18		0,696	44,86724
G2	3	0,87	0,79	3,35		0,6873	47,86411
G2	3	0,85	0,85	3,95		0,7225	53,6872
G2	3	0,89	0,92	3,52		0,8188	42,21593
G2	3	0,89	0,84	3,21		0,7476	42,16453
G2	4	0,85	0,84	4,15		0,714	57,07703
G2	4	0,86	0,87	3,95		0,7482	51,84309
G2	4	0,87	0,86	3,4		0,7482	44,62443
G2	4	0,81	0,86	3,46		0,6966	48,77577

G2	4	0,83	0,86	3,02		0,7138	41,54721
Média		0,782	0,8165	3,1925		0,67439	47,17646
Alloy Primer + RelyX Unicem							
G3	1	0,9	0,89	2,47		0,801	30,2814
G3	1	0,91	0,95	3,14		0,8645	35,66778
G3	1	0,88	0,78	3,62		0,6864	51,78963
G3	1	0,9	0,94	2,97		0,846	34,47447
G3	1	0,95	0,85	3,88		0,8075	47,18464
G3	2	0,9	0,96	3,18		0,864	36,14306
G3	2	1,23	0,87	4,26		1,0701	39,0928
G3	2	0,96	0,89	2,85		0,8544	32,75632
G3	2	0,93	0,95	3,74		0,8835	41,56967
G3	2	0,93	0,86	2,96		0,7998	36,34309
G3	3	0,87	0,84	2,22		0,7308	29,83087
G3	3	0,86	0,9	2,87		0,774	36,41266
G3	3	0,85	0,97	2,89		0,8245	34,42062
G3	3	0,85	0,89	2,6		0,7565	33,75017
G3	3	0,96	0,99	1,96		0,9504	20,25168
G3	4	0,89	0,85	2,62		0,7565	34,00978
G3	4	0,87	0,86	3,18		0,7482	41,73697
G3	4	0,91	0,9	3,07		0,819	36,81001
G3	4	0,89	0,91	3,36		0,8099	40,73984
G3	4	0,86	0,91	2,4		0,7826	30,115
Média		0,915	0,898	3,012		0,82148	36,16902

Jateamento + Alloy Primer + RelyX Unicem

G4	1	0,91	0,92	3,06		0,8372	35,8925
G4	1	0,89	0,85	2,34		0,7565	30,37515
G4	1	0,86	0,88	3,2		0,7568	41,5222
G4	1	0,89	0,93	3,14		0,8277	37,25359
G4	1	0,87	0,98	2,65		0,8526	30,52193
G4	2	0,84	0,82	2,3		0,6888	32,79036
G4	2	0,87	0,88	3,85		0,7656	49,38218
G4	2	0,9	0,87	3,07		0,783	38,50243
G4	2	0,87	0,8	3,4		0,696	47,97126
G4	2	0,87	0,91	3,96		0,7917	49,11861
G4	3	0,82	0,94	3,52		0,7708	44,84484
G4	3	1,15	1,17	3,43		1,3455	25,03352
G4	3	0,86	0,78	4,25		0,6708	62,21676
G4	3	1,15	0,78	3,9		0,897	42,69565
G4	3	0,83	0,85	3,36		0,7055	46,76853
G4	4	0,87	0,98	2,7		0,8526	31,09782
G4	4	0,82	0,85	3,83		0,697	53,96069
G4	4	0,86	0,79	3,12		0,6794	45,09626
G4	4	0,93	0,83	4,57		0,7719	58,13888
G4	4	0,94	0,85	2,48		0,799	30,4801
Média		0,9	0,883	3,3065		0,79727	41,68316

Jateamento + Silano + RelyX Unicem

G5	1	0,86	0,86	4,24		0,7396	56,29638
G5	1	0,89	0,84	3,04		0,7476	39,93151
G5	1	0,88	0,87	3,13		0,7656	40,14707
G5	1	0,92	0,85	4,6		0,782	57,76471
G5	1	0,86	0,89	3		0,7654	38,48968
G5	2	0,89	0,94	3,44		0,8366	40,37868
G5	2	0,95	0,85	4,17		0,8075	50,71133
G5	2	0,96	0,95	4,27		0,912	45,97741
G5	2	0,94	0,95	3,23		0,893	35,51915
G5	2	0,9	0,88	4,27		0,792	52,94369
G5	3	0,9	0,86	3,53		0,774	44,7863
G5	3	0,87	0,87	4,8		0,7569	62,27507
G5	3	0,93	0,98	4,08		0,9114	43,9605
G5	3	0,88	0,92	3,43		0,8096	41,604
G5	3	0,84	0,94	3,11		0,7896	38,67806
G5	4	0,84	0,84	3,44		0,7056	47,87528
G5	4	0,83	0,87	3,94		0,7221	53,58094
G5	4	0,89	0,85	3,18		0,7565	41,27905
G5	4	0,87	0,86	3,07		0,7482	40,29324
G5	4	0,84	0,9	3,49		0,756	45,33307
Média		0,887	0,8885	3,673		0,78856	45,89126

Anexo II. Quadro com os valores do período de teste de 40 dias

Sem tratamento							
grupo	Amostra	X	Y	KgF		area em mm2	Mpa
G1	1	0,86	0,85	3,92		0,731	52,65992
G1	1	0,84	0,9	3,56		0,756	46,24233
G1	1	0,76	0,8	4,33		0,608	69,9352
G1	1	0,86	0,84	3,36		0,7224	45,67442
G1	1	0,85	0,86	3,95		0,731	53,06293
G1	2	0,96	0,78	3,98		0,7488	52,19498
G1	2	0,93	0,91	3,95		0,8463	45,83363
G1	2	0,95	1,02	3,46		0,969	35,06419
G1	2	0,92	0,83	2,7		0,7636	34,72237
G1	2	0,78	0,78	3,1		0,6084	50,03616
G1	3	0,84	0,85	4,12		0,714	56,66443
G1	3	0,85	0,84	4,19		0,714	57,62717
G1	3	0,9	0,87	2,04		0,783	25,58467
G1	3	0,78	0,82	3,02		0,6396	46,3671
G1	3	0,84	0,91	3,63		0,7644	46,63344
G1	4	0,85	0,83	4,44		0,7055	61,80128
G1	4	0,85	0,85	3,75		0,7225	50,96886
G1	4	0,83	0,89	3,07		0,7387	40,81143
G1	4	0,96	0,93	3,67		0,8928	40,36671
G1	4	0,89	0,98	4,37		0,8722	49,20133
Médias		0,865	0,867	3,6305		0,75156	48,07263

Jateamento com óxido de alumínio + RelyX Unicem							
G2	1	0,86	0,88	3,66		0,7568	47,49101
G2	1	0,87	0,87	3,1		0,7569	40,21932
G2	1	0,88	0,89	3,18		0,7832	39,87181
G2	1	0,85	0,89	2,8		0,7565	36,34633
G2	1	0,85	0,89	3,4		0,7565	44,13483
G2	2	0,88	0,87	2,89		0,7656	37,0687
G2	2	0,84	0,92	4,12		0,7728	52,353
G2	2	1,03	0,94	2,59		0,9682	26,26916
G2	2	0,86	0,96	3,21		0,8256	38,18096
G2	2	0,73	0,93	3,07		0,6789	44,40625
G2	3	0,87	0,89	4,33		0,7743	54,91489
G2	3	0,87	0,89	3,24		0,7743	41,09105
G2	3	0,94	0,88	2,46		0,8272	29,20358
G2	3	0,93	0,91	2,67		0,8463	30,98121
G2	3	0,88	0,97	4,18		0,8536	48,08763
G2	4	0,83	0,81	3,17		0,6723	46,30284
G2	4	0,83	0,83	3,91		0,6889	55,73552
G2	4	0,89	0,83	4,42		0,7387	58,75782
G2	4	0,82	0,87	3,35		0,7134	46,11298
G2	4	0,83	0,81	2,31		0,6723	33,74119
Médias		0,867	0,8865	3,303		0,769115	42,5635
Alloy Primer + RelyX Unicem							
G3	1	0,82	0,93	3,4		0,7626	43,7818
G3	1	0,95	0,91	5,38		0,8645	61,11232
G3	1	0,88	0,95	3		0,836	35,23923
G3	1	0,9	0,83	2,43		0,747	31,94458
G3	1	0,8	0,74	2,28		0,592	37,82027
G3	2	0,96	0,85	2,67		0,816	32,13162
G3	2	0,93	0,97	3,72		0,9021	40,49485
G3	2	0,88	0,86	2,83		0,7568	36,72119
G3	2	0,84	0,97	2,04		0,8148	24,58616
G3	2	0,81	0,88	3,03		0,7128	41,74327
G3	3	0,83	0,89	3,45		0,7387	45,863
G3	3	0,89	0,84	2,61		0,7476	34,28331
G3	3	0,8	0,93	2,14		0,744	28,2457
G3	3	0,83	0,84	2,72		0,6972	38,31096
G3	3	0,89	0,84	1,57		0,7476	20,62253
G3	4	0,85	0,92	1,92		0,782	24,11049
G3	4	0,89	0,88	3,2		0,7832	40,12257
G3	4	0,88	0,87	3,88		0,7656	49,76698
G3	4	0,87	0,87	3,45		0,7569	44,76021
G3	4	0,86	0,89	3,52		0,7654	45,16122
Médias		0,868	0,883	2,962		0,76664	37,84111

Jateamento + Alloy Primer + RelyX Unicem							
G4	1	0,88	0,81	2,13		0,7128	29,34428
G4	1	0,82	0,84	1,94		0,6888	27,65796
G4	1	0,85	0,88	2,48		0,748	32,55829
G4	1	0,84	0,86	3,42		0,7224	46,49003
G4	1	0,81	0,87	1,3		0,7047	18,11551
G4	2	0,85	0,88	2,51		0,748	32,95214
G4	2	0,84	0,82	1,26		0,6888	17,96341
G4	2	0,85	0,79	3,53		0,6715	51,62264
G4	2	0,89	0,97	3,2		0,8633	36,39986
G4	2	0,84	0,82	2,89		0,6888	41,2018
G4	3	0,83	0,84	2,02		0,6972	28,45152
G4	3	0,88	0,88	2,8		0,7744	35,5062
G4	3	0,98	0,82	3,84		0,8036	46,92484
G4	3	0,83	0,88	2,05		0,7304	27,56161
G4	3	0,85	0,83	2,16		0,7055	30,06549
G4	4	0,84	0,87	3,2		0,7308	42,99945
G4	4	0,86	0,97	3,03		0,8342	35,66842
G4	4	0,79	0,87	1,7		0,6873	24,28925
G4	4	0,79	0,84	3,12		0,6636	46,16998
G4	4	0,87	0,87	2,43		0,7569	31,52675
Médias		0,8495	0,8605	2,5505		0,73105	34,17347

Jateamento + Silano + RelyX Unicem							
G5	1	0,8	0,82	3,66		0,656	54,78841
G5	1	0,84	0,84	3,38		0,7056	47,04025
G5	1	0,85	0,85	3,14		0,7225	42,67792
G5	1	0,81	0,92	2,81		0,7452	37,02925
G5	1	0,86	0,91	3,59		0,7826	45,04702
G5	2	0,77	0,89	3,18		0,6853	45,56778
G5	2	0,84	0,91	4,31		0,7644	55,36918
G5	2	0,84	0,82	2,58		0,6888	36,78223
G5	2	0,84	0,92	4,34		0,7728	55,14855
G5	2	0,87	1	2,3		0,87	25,96092
G5	3	0,82	0,87	3,32		0,7134	45,70003
G5	3	0,78	0,84	3,49		0,6552	52,30739
G5	3	0,85	0,83	3,39		0,7055	47,18611
G5	3	0,78	0,89	2,24		0,6942	31,68655
G5	3	0,85	0,9	3,62		0,765	46,4685
G5	4	0,8	0,86	3,87		0,688	55,2375
G5	4	0,89	0,84	3,66		0,7476	48,07544
G5	4	0,82	0,93	3,54		0,7626	45,58458
G5	4	0,84	0,9	4,22		0,756	54,81534
G5	4	0,84	0,89	3		0,7476	39,4061
Médias		0,8295	0,8815	3,382		0,731415	45,59395

ANEXO III. Estatística descritiva

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 48 HORAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM (RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	
NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	31,370001
VALOR MAX.	65,25
AMPLITUDE	33,879997
TOTAL	909,56
MEDIA	45,478001
VARIÂNCIA	97,303413
D. PADRÃO	9,864248
D.P.MÉDIA	2,205713
COEF.VAR.%	21,690155
COEF.ASSIM.	0,226468
COEF.CURT.	2,056721
MEDIANA	44,93
QUARTIL INF	37,184998
QUARTIL SUP	53,32
IC 5% L.S.	50,08794
IC 5% L.I.	40,868061
IC 1% L.S.	51,786339
IC 1% L.I.	39,169662

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 48 HORAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM + JATEAMENTO (OAI + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	
NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	29,139999
VALOR MAX.	65,300003
AMPLITUDE	36,160004
TOTAL	943,42999
MEDIA	47,171501
VARIÂNCIA	75,6698842
D. PADRÃO	8,69853
D.P.MÉDIA	1,94512
COEF.VAR.%	18,440884
COEF.ASSIM.	0,066612
COEF.CURT.	2,726419
MEDIANA	46,175003
QUARTIL INF	41,849998
QUARTIL SUP	53,669998
IC 5% L.S.	51,236801
IC 5% L.I.	43,106201
IC 1% L.S.	52,734543
IC 1% L.I.	41,608459

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 48 HORAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM +
ALLOYPRIMER (ALLP + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	20,25
VALOR MAX.	51,779999
AMPLITUDE	31,529999
TOTAL	723,28998
MEDIA	36,164501
VARIÂNCIA	44,642437
D. PADRÃO	6,6815
D.P.MÉDIA	1,494029
COEF.VAR.%	18,475298
COEF.ASSIM.	0,146535
COEF.CURT.	4,031028
MEDIANA	35,900002
QUARTIL INF	33,25
QUARTIL SUP	39,91
IC 5% L.S.	39,287022
IC 5% L.I.	33,041981
IC 1% L.S.	40,437424
IC 1% L.I.	31,891579

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 48 HORAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM
+JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (OAI + ALLP + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	25,030001
VALOR MAX.	62,209999
AMPLITUDE	37,18
TOTAL	833,58002
MEDIA	41,679001
VARIÂNCIA	102,893288
D. PADRÃO	10,143633
D.P.MÉDIA	2,268185
COEF.VAR.%	24,337515
COEF.ASSIM.	0,27078
COEF.CURT.	2,237407
MEDIANA	42,1050001
QUARTIL INF	31,940001
QUARTIL SUP	48,540001
IC 5% L.S.	46,419506
IC 5% L.I.	36,938496
IC 1% L.S.	48,166008
IC 1% L.I.	35,191994

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 48 HORAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM
+JATEAMENTO + SILANO (OAI + Si + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	35,509998
VALOR MAX.	62,27
AMPLITUDE	26,760002
TOTAL	917,71997
MEDIA	45,886002
VARIÂNCIA	54,924911
D. PADRÃO	7,411135
D.P.MÉDIA	1,65718
COEF.VAR.%	16,151188
COEF.ASSIM.	0,702553
COEF.CURT.	2,434475
MEDIANA	44,369999
QUARTIL INF	40,215
QUARTIL SUP	51,824997
IC 5% L.S.	49,349506
IC 5% L.I.	42,422497
IC 1% L.S.	50,62538
IC 1% L.I.	41,146465

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 40 DIAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM (RU) DO
FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	25,58
VALOR MAX.	69,93
AMPLITUDE	44,349998
TOTAL	961,34003
MEDIA	48,067001
VARIÂNCIA	99,573685
D. PADRÃO	9,978661
D.P.MÉDIA	2,231297
COEF.VAR.%	20,759899
COEF.ASSIM.	-0,106618
COEF.CURT.	3,361842
MEDIANA	47,915001
QUARTIL INF	43,239998
QUARTIL SUP	52,855003
IC 5% L.S.	52,730412
IC 5% L.I.	42,4003591
IC 1% L.S.	54,448509
IC 1% L.I.	41,685493

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 40 DIAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM +
 JATEAMENTO (OAI + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	26,26
VALOR MAX.	58,75
AMPLITUDE	32,489998
TOTAL	851,179999
MEDIA	42,559002
VARIÂNCIA	80,539894
D. PADRÃO	8,974402
D.P.MÉDIA	2,0067738
COEF.VAR.%	21,086968
COEF.ASSIM.	0,020074
COEF.CURT.	2,241813
MEDIANA	42,610001
QUARTIL INF	36,700001
QUARTIL SUP	47,785004
IC 5% L.S.	46,753082
IC 5% L.I.	38,364922
IC 1% L.S.	48,298271
IC 1% L.I.	36,819733

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 40 DIAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM +
 ALLOYPRIMER (ALLP + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	20,620001
VALOR MAX.	61,110001
AMPLITUDE	40,489998
TOTAL	756,76001
MEDIA	37,838001
VARIÂNCIA	92,28878
D. PADRAO	9,606705
D.P.MEDIA	2,148125
COEF.VAR.%	25,38904
COEF.ASSIM.	0,272682
COEF.CURT.	3,185017
MEDIANA	38,065002
QUARTIL INF	32,035
QUARTIL SUP	44,269997
IC 5% L.S.	42,327583
IC 5% L.I.	33,348419
IC 1% L.S.	43,981636
IC 1% L.I.	31,694367

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 40 DIAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM
+JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (OAI + ALLP + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	17,959999
VALOR MAX.	51,619999
AMPLITUDE	33,66
TOTAL	683,37
MÉDIA	34,168499
VARIÂNCIA	88,829216
D. PADRÃO	9,424925
D.P.MÉDIA	2,107477
COEF.VAR.%	27,583668
COEF.ASSIM.	0,110488
COEF.CURT.	2,262723
MEDIANA	32,75
QUARTIL INF	28,049999
QUARTIL SUP	42,095001
IC 5% L.S.	38,573128
IC 5% L.I.	29,763872
IC 1% L.S.	40,195885
IC 1% L.I.	28,141113

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL 40 DIAS DO FATOR TEMPO E NÍVEL UNICEM
+JATEAMENTO + SILANO (OAI + Si + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS

NUM. OBS.	20
VALOR MIN.	25,959999
VALOR MAX.	55,360001
AMPLITUDE	29,400002
TOTAL	911,76001
MÉDIA	45,588001
VARIÂNCIA	67,508179
D. PADRÃO	8,216335
D.P.MÉDIA	1,837229
COEF.VAR.%	18,023022
COEF.ASSIM.	-0,704733
COEF.CURT.	2,93367
MEDIANA	46,080002
QUARTIL INF	41,035
QUARTIL SUP	53,540001
IC 5% L.S.	49,42427811
IC 5% L.I.	41,748192
IC 1% L.S.	50,842476
IC 1% L.I.	40,333527

ANEXO IV. Quadro de análise de variância e teste de Tukey (dados não transformados)

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSA DA VARIAÇÃO	G.L	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
TEMPO	1	133,1091965	133,109197	1,6552	0,19685
TRATAMENTO	4	3419,8724108	854,968103	10,6316	0,00001
TEMPO*TRATAMENTO	4	739,6429395	184,910735	2,2994	0,05949
RESÍDUO	190	15279,3113508	80,4174282		
TOTAL	199	19571,9358976			

MEDIA GERAL 42,45995
 COEFICIENTE DE VARIAÇÃO 21,12%

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	100	43,2758000	43,2758000	a
40 DIAS	100	41,6440990	41,6440990	a

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S.= 2,49209)

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM (RU) DO FATOR TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	48,0670010	48,0670010	a
40 DIAS	20	45,4777997	45,4777997	a

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	47,1715000	47,1715000	a
40 DIAS	20	42,5589970	42,5589970	a

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU) DO FATOR TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	37,8379970	37,8379970	a
40 DIAS	20	36,1644960	36,1644960	b

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM +JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	41,6790040	41,6790040	a
40 DIAS	20	34,1685000	34,1685000	a

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM +JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	45,5880000	45,5880000	a
40 DIAS	20	36,1644960	36,1644960	a

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S. 5%= 5,57248)

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
UNICEM (RU)	40	46,7724990	46,7724990	a
UNICEM +JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU)	40	45,7370010	45,7370010	a
UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU)	40	44,8652480	44,8652480	a
UNICEM +JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU)	40	37,9237520	37,9237520	b
UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU)	40	37,0012470	37,0012470	b

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S. 5%= 5,49861)

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TRATAMENTO DENTRO DE 48 HORAS DO FATOR TEMPO

NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU)	20	47,1715000	47,1715000	a
UNICEM +JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU)	20	45,8860020	45,8860020	a
UNICEM (RU)	20	45,4779970	45,4779970	a
UNICEM +JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU)	20	41,6790040	41,6790040	ab
UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU)	20	36,1644960	36,1644960	b

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TRATAMENTO DENTRO DE 40 DIAS

DO FATOR TEMPO

NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
UNICEM (RU)	20	48,0670010	47,1715000	a
UNICEM +JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU)	20	45,5880000	45,8860020	ab
UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU)	20	42,5589970	45,4779970	ab
UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU)	20	37,8379970	41,6790040	bc
UNICEM +JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU)	20	34,1685000	36,1644960	c

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S. 5%= 7,77621)

TRANSFORMADAS

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSA DA VARIAÇÃO	G.L	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
TEMPO	1	0,9740635	0,9740635	1,9866	0,15659
TRATAMENTO	4	21,4283360	5,357084	10,9258	0,00001
TEMPO*TRATAMENTO	4	4,6037076	1,1509269	2,3473	0,05514
RESÍDUO	190	93,1594621	0,490313		
TOTAL	199	120,1655692			

MÉDIA GERAL 6,469863
COEFICIENTE DE VARIAÇÃO 10,82%

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	100	6,5396520	47,5400000	a
40 DIAS	100	6,4000730	40,9609360	a

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S.= 0,19459)

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM (RU) DO FATOR TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	6,8954320	47,5469760	a
40 DIAS	20	6,7059280	44,9694710	a

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	6,8397690	46,7824400	a
40 DIAS	20	6,4882650	42,0975860	a

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU) DO FATOR TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	6,1030320	37,2469990	a
40 DIAS	20	5,9885470	35,8626920	a

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM + JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	6,4102660	41,0915112	a
40 DIAS	20	5,7903670	33,5283510	b

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE UNICEM + JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU) DO FATOR DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPT.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
48 HORAS	20	6,7537500	45,6131370	a
40 DIAS	20	6,7232700	45,2023550	a

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S. 5%= 0,43512)

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TRATAMENTO

NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
UNICEM (RU)	40	6,8006800	46,2492450	a
UNICEM + JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU)	40	6,7385100	45,4075140	a
UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU)	40	6,6640170	44,4091240	a
UNICEM + JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU)	40	6,1003170	37,2138630	b
UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU)	40	6,0457000	36,5515690	b

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 % (D.M.S. 5%= 0,42935)

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE
TRATAMENTO DENTRO DE 48 HORAS
DO FATOR TEMPO

NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU)	20	6,8397690	46,7824400	a
UNICEM +JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU)	20	6,7537500	45,6131370	a
UNICEM (RU)	20	6,7059280	44,9694710	a
UNICEM +JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU)	20	6,4102660	41,0915120	ab
UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU)	20	5,9885470	35,8626920	b

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE
TRATAMENTO DENTRO DE 40 DIAS
DO FATOR TEMPO

NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%
UNICEM (RU)	20	6,8954320	47,5469760	a
UNICEM +JATEAMENTO + SILANO (Oal + Si + RU)	20	6,7232700	45,2023440	a
UNICEM + JATEAMENTO (Oal + RU)	20	6,4882650	42,0975860	ab
UNICEM + ALLOYPRIMER (ALLP + RU)	20	6,1030320	37,2469990	bc
UNICEM +JATEAMENTO + ALLOYPRIMER (Oal + ALLP + RU)	20	5,7903670	33,5283510	c

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS
DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO
NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA DE 5 %
(D.M.S. 5%= 0,60720)