

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

ELISEU AUGUSTO SICOLI

**Influência da concentração do ácido hidrófluorídrico e da
ciclagem térmica na resistência da união entre cerâmica e cimento
resinoso**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

Este exemplar corresponde a versão final da Tese defendida pelo aluno e orientada pelo prof. Dr. Simonides Consani

Assinatura do Orientador

**PIRACICABA
2011**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
GARDÊNIA BENOSSI – CRB8/8644 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Si12i Sicoli, Eliseu Augusto, 1960-
Influência da concentração do ácido hidrófluorídrico e da
ciclagem térmica na resistência da união entre cerâmica e
cimento resinoso / Eliseu Augusto Sicoli. -- Piracicaba, SP : [s.n.],
2011.

Orientador: Simonides Consani.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cimentação. 2. Coroas. 3. Prótese dentária. I. Consani,
Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: *Influence of the concentration of hydrofluoric acid and thermal cycling on bond strength between ceramic and resin cement*

Palavras-chave em Inglês:

Cementation

Crowns

Dental prosthesis

Área de concentração:

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca examinadora:

Simonides Consani [Orientador]

Rolando Plumer Pezzini,

Ricardo Danil Guiraldo,

Mario Coelho Sinhoretti,

Regina Maria Puppim Rontani

Data da defesa: 11-07-2011

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 11 de Julho de 2011, considerou o candidato ELISEU AUGUSTO SICOLI aprovado.

Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

Prof. Dr. ROLANDO PLUMER PEZZINI

Prof. Dr. RICARDO DANIL GUIRALDO

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

Profa. Dra. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

DEDICATÓRIA

AO SENHOR MEU DEUS, QUE ME FEZ ACREDITAR EM QUE TODAS AS PROVAS DESTA VIDA SERÃO VENCIDAS EM NOME DE SEU FILHO JESUS CRISTO PARA SUA HONRA E GLÓRIA! FEZ-ME APRENDER QUE O DESEJO DO HOMEM, PELA FÉ, SERÁ REALIZADO E DE SUMA IMPORTÂNCIA É QUE ESSE HOMEM SAIBA QUE EXISTE O TEMPO DE DEUS E NÃO O AGORA.

À MINHA AMADA ESPOSA JANNE, PELA DEDICAÇÃO E DOAÇÃO DE SUA VIDA PARA NOSSA FAMÍLIA E ÀS MINHAS FILHAS ÉRICA E LÍGIA, PELA FORÇA, SABEDORIA E AMOR!

AOS MEUS PAIS, ELYSEU E NAIR, QUE NÃO SÓ ME DERAM O BEM MAIS PRECIOSO, A VIDA, MAS ME ENSINARAM A RETIDÃO E O AMOR.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Prof. Dr. Simonides Consani,

Agradeço profundamente pela confiança depositada no êxito de meu trabalho, apesar da grande dificuldade pessoal enfrentada por mim no decorrer do seu desenvolvimento.

Durante nossa agradável convivência tive a oportunidade aprender com sua serenidade e competência, sendo sempre humilde e pronto para a ajuda imediata, com experiência e sabedoria de quem conhece a vida.

Um exemplo de pessoa, que para sorte de muitos, teve como ideal de vida, ser PROFESSOR.

Muito Obrigado!

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Campinas e à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, em especial ao Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários, pelo desenvolvimento do Dinter UNIOESTE/UEL/UNICAMP.

Aos Professores Lourenço Correr Sobrinho, Mario Fernando de Goes, Mario Coelho Sinhoretti e em especial à coordenadora do Dinter UNIOESTE/UEL/UNICAMP Prof^a. Regina Maria Puppim Rontani, pelos momentos de aprendizado científico e pelas experiências trocadas sobre a função docente no magistério superior.

Ao colega Guilherme Bottene Guarda, por seu companheirismo nos momentos mais difíceis.

Aos funcionários do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da FOP/UNICAMP.

Aos funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP.

Às funcionárias da secretaria de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e a Fundação Araucária pelo apoio financeiro para o desenvolvimento do DINTER.

Aos meus colegas do curso de Doutorado pelas trocas de conhecimentos e pelos vários momentos agradáveis compartilhados, em especial aos amigos-irmãos Márcio, Carrilho e Vagner.

Aos meus amigos do colegiado de Odontologia da UNIOESTE, que sempre me incentivaram.

A todos aqueles que, embora não sejam citados, contribuíram direta ou indiretamente para que este trabalho fosse realizado.

Meus sinceros agradecimentos.

“Não temas, porque eu sou contigo; não te assombres, porque eu sou teu Deus; eu te esforço, e te ajudo, e te sustento com a destra da minha justiça. Eis que envergonhados e confundidos serão todos os que se irritarem contra ti tornar-se-ão nada; e ao que contenderem contigo perecerão. Busca-los-ás, mas não os acharás; e os que pelejarem contigo tornar-se-ão nada, e como coisa que não é nada, os que guerrearem contigo. Porque eu, o Senhor, teu Deus, te tomo pela tua mão direita e te digo: não temas que eu te ajudo.”

Isaias 41 - 10:13

RESUMO

O objetivo neste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento com ácido hidrofúorídrico (5 e 10%) e ciclagem térmica na resistência ao microcisalhamento da interface cimento resinoso RelyX ARC - IPS E.max Press. Foram confeccionadas 20 amostras com cerâmica IPS E.max Press de acordo com a recomendação do fabricante. As amostras foram incluídas em tubos de PVC com resina epóxi e divididas em 4 grupos (n=40). Todas as amostras após o condicionamento ácido por 20 segundos foram silanizadas e a confecção dos corpos-de-prova seguiu o mesmo procedimento padrão para a cimentação com RelyX ARC. Os grupos foram separados em: 1- Cerâmica condicionada com ácido hidrofúorídrico a 10%; 2 - Cerâmica condicionada com ácido hidrofúorídrico a 10% e termociclada com 3000 ciclos; 3 - Cerâmica condicionada com ácido hidrofúorídrico a 5% e 4 -Cerâmica condicionada com ácido hidrofúorídrico a 5% e depois termociclada com 3000 ciclos. Após tratamento da superfície da cerâmica foi realizada aplicação de silano RelyX Ceramic Primer. Matrizes de silicone por adição com quatro perfurações de 1 mm de altura por 1 mm de diâmetro foram posicionadas sobre a cerâmica e preenchidas com o cimento RelyX ARC conforme os grupos citados. A fotoativação foi realizada com o aparelho LED UltraLume 5 com 1100 mW/cm² de irradiância por 40 segundos. As amostras foram mantidas em 100% de umidade relativa a 37°C por 24 horas e levadas a máquina de ensaios *Instron* para o teste de microcisalhamento com velocidade de 0,5 mm/minuto. Os resultados em MPa (G1: 35,34±5,03; G2: 21,80±6,39; G3: 33,28±7,57; G4: 19,39±5,06) foram submetidos a análise de variância e as médias ao teste de Tukey (p<0,05). A análise estatística mostrou valor de resistência de união ao microcisalhamento significativamente superior para os grupos 1 e 3 (sem ciclagem térmica). Houve diferença estatisticamente significativa em relação à concentração do ácido hidrofúorídrico com menor resistência ao microcisalhamento na concentração 5%. Não houve diferença

estatística na interação entre os grupos. A análise do padrão de fratura mostrou predominância de fraturas adesivas em todos os grupos; embora os grupos 1 e 3 apresentassem fraturas do tipo coesiva no cimento em maior porcentagem quando comparados aos grupos 2 e 4. Assim concluiu-se que a ciclagem térmica diminuiu a resistência ao microcisalhamento da união adesiva, independentemente da concentração do ácido hidrofúorídrico e as falhas foram predominantemente adesivas.

Palavras-chave: Cerâmica, cimento resinoso, microcisalhamento, tratamento de superfície, ciclagem térmica.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the resistance to microshear bond strength from the bonding of cement ceramic IPS E.max Press with resin cement Rely X ARC under etching surface effect with hydrofluoridric acid in concentrations of 5% and 10%. The problems faced in the groups were also analysed. Twenty samples of ceramic were produced according to the manufacturer recommendation. The samples were included in PVC tubes with epoxi resin and separated in 4 groups (n=40). After the etching with acid for 20 seconds, the samples were silanized and the same cementing procedure was done with Rely X ARC. The groups were separated in: 1- Ceramic conditioned with hydrofluoridric acid in 10%; 2- Ceramic conditioned with hydrofluoridric acid in 10%, thermocycled in 3000 cycles with temperature between 5°C and 55°C and baths of 30s in each temperature; 3- Ceramic conditioned with hydrofluoridric acid in 5% and 4- Ceramic conditioned with hydrofluoridric acid in 10%, thermocycled in 3000 cycles with temperature between 5°C and 55°C and baths of 30s in each temperature. After the ceramic surface etching it was applied silane RelyX Ceramic Primer using microbrush. Silicone rubber matrices with four perforations, 1 mm of thickness by 1 mm of diameter each, were put on the ceramic and fulfilled with Rely X ARC cement. The light activation was done using LED UltraLume 5 with 1100 mW/cm² irradiation acting for 40 seconds. The samples were stored in environment with 100% relative humidity and 37°C for 24 hours. After this period they were submitted to the resistance test of microshear bond strength in the Instron equipament under 0,5 mm/minute of speed. The results in MPa (G1: 35.34±5.03; G2: 21.80±6.39; G3: 33.28±7.57; G4: 19.39±5.06) were submitted to analysis of variance and Tukey's test (p<0,05). The microshear bond strength resistance was significantly bigger for groups 1 and 3 (without thermocycling). There was statistically significant difference as to hydrofluoridric acid concentration. The concentration with 5% presented lower resistance to the microshear bond strength. The standard fracture analysis showed predominance of adhesive problems in all

groups although groups 1 and 3 showed cohesive fractures in the cement with the biggest percentage when compared to groups 2 and 4. This way in conclusion the thermocycling decrease the resistance to microshear of the Bond union, independent of the hydrofluoridric acid concentration and the adhesive failures was predominant.

Key words: Ceramic, dual cured resin cement, microshear bond strength, surface treatment, thermocycling

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	5
3 PROPOSIÇÃO	31
4 MATERIAIS E MÉTODO	32
5 RESULTADOS	44
6 DISCUSSÃO	48
7 CONCLUSÃO	54
REFERÊNCIAS	55

1 INTRODUÇÃO

Com o advento da odontologia adesiva e do apelo estético social nos tratamentos restauradores atuais, as cerâmicas odontológicas são usadas rotineiramente como materiais restauradores estéticos, devido às propriedades mecânicas satisfatórias, como alta resistência à compressão, estabilidade química, baixa condutibilidade elétrica, difusibilidade térmica, translucidez, fluorescência, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis e coeficiente de expansão térmica similar à estrutura do dente (Sherril & O'Brien, 1974; Oilo, 1978; Anusavice, 1996; Della Bona, 1996; van Noort, 2002; Borges *et al.*, 2003). Apesar da friabilidade e propensão à propagação de trincas, devido ao mimetismo, a cerâmica tem proporcionado nova filosofia na odontologia estética atual, substituindo as restaurações metálicas, as quais podem apresentar aparência escura e opaca, o que dificulta imitar o aspecto real do dente (Chaiyabutr *et al.*, 2008).

Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e estéticas, numerosas formulações e procedimentos técnicos foram desenvolvidos. Assim, as cerâmicas odontológicas foram classificadas em vítreas (feldspática, leucita e dissilicato de lítio), à base de zircônia (policristais de zircônia estabilizados por ítrio) e à base de alumina (óxidos de alumina) (Seghi *et al.*, 1990; Dong *et al.*, 1992; Beshinidt & Strub, 1999; Conrad *et al.*, 2007). Nos últimos anos, novos sistemas foram introduzidos no mercado odontológico, como o IPS E.max Press, IPS E.max Ceram, IPS E.max ZirCAD, IPS E.max CAD. (Ivoclar Clinical Guide, Madina *et al.*, 2010), atendendo as exigências atuais em relação à estética e propriedades mecânicas.

O procedimento de união entre a cerâmica odontológica e a estrutura dental é um dos fatores decisivos para se conseguir boa resistência e longevidade da restauração. Dependendo do sistema cerâmico usado, a cimentação pode ser realizada pela técnica adesiva ou convencional. Na superfície do esmalte e da dentina, a técnica de cimentação adesiva consiste no condicionamento ácido e aplicação de resina fluida (Buonocore, 1955; Brudevold

et al., 1956; Fusayama *et al.*, 1979). A difusão e polimerização do monômero no interior das áreas desmineralizadas da dentina proporciona união micromecânica pela formação da camada híbrida (Nakabayashi *et al.*, 1982).

Na superfície interna da cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, o tratamento com ácido hidrofluorídrico (Borges *et al.*, 2003) tem sido recomendado com a finalidade de melhorar a união entre o cimento resinoso e a cerâmica. Assim sendo, a cerâmica vítrea de dissilicato de lítio é susceptível ao tratamento da superfície com ácido hidrofluorídrico, que tem por finalidade promover retenções micromecânicas para que ação dos agentes resinosos tenha a mesma efetividade que na estrutura do dente. O tratamento da superfície com aplicação do ácido hidrofluorídrico possibilita modificações na matriz da cerâmica de dissilicato de lítio, aumentando a superfície de contato e melhorando a interação com o material de fixação (Panah *et al.*, 2008). O condicionamento ácido promove modificação topográfica na superfície da cerâmica, interferindo na adesão cimento-cerâmica pela criação de espaços para a imbricação do cimento na cerâmica antes da polimerização (Naves *et al.*, 2010).

A cerâmica IPS E.max Press pode ser adesivamente cimentada, mas quando a retenção devido ao condicionamento for pequena, não será suficientemente adequada. O procedimento do condicionamento com ácido hidrofluorídrico é usado para criar microretenções na área de união, com a finalidade de promover melhor interação com o cimento resinoso. O ácido hidrofluorídrico remove a matriz vítrea e a segunda fase cristalina, criando irregularidades ao redor dos cristais de dissilicato de lítio do sistema cerâmico IPS E.max Press para união (Borges *et al.*, 2003; Spohr *et al.* 2003; Salvio *et al.*, 2007).

Além do tratamento da superfície das cerâmicas, tem sido recomendado o uso de substâncias químicas como o silano, um monômero composto por radicais orgânicos e grupos monovalentes hidrolisáveis, atuando na promoção da união química entre a fase inorgânica da cerâmica e o material

resinoso (Roulet *et al.*, 1995; Chen *et al.*, 1998; Kamada *et al.*, 1998; Borges *et al.*, 2003; Spohr *et al.*, 2003).

Para união da cerâmica à superfície do dente condicionado é necessária a utilização de cimentos. O cimento forma uma camada intermediária unindo o dente à superfície condicionada da cerâmica. Dessa forma, as forças aplicadas na superfície da restauração cerâmica serão gradualmente transferidas para o dente, sem provocar fraturas da restauração ou do dente. Esse fator é muito importante em restaurações com cerâmica feldspática, pois a concentração de tensões na superfície da cerâmica promove fratura devido à menor resistência às tensões de tração (Burke, 1995; Groten & Probst, 1997).

Os cimentos à base de resina composta são os mais indicados para a cimentação de restaurações cerâmicas, devido a possibilidade da cimentação adesiva. Para sucesso clínico das restaurações cerâmicas, além dos fatores como preparo do dente, moldagem e fase laboratorial, também existe a cimentação que depende da efetividade dos cimentos usados. Os cimentos resinosos de presa dupla, como o RelyX ARC, apresentam resistência de união adequada e maiores valores de dureza que os de ativação química (Fonseca *et al.*, 2004; Abo-Hamar *et al.*, 2005).

Quando as restaurações cerâmicas são expostas ao meio bucal, fatores como fadiga podem influenciar nas propriedades físicas e mecânicas. O processo de fadiga se desenvolve e se instala em fendas microscópicas, promovendo áreas de concentrações de esforços (Callister, 2002). Com a carga e as variações térmicas atuando continuamente sobre as fendas microscópicas, fracassos podem ocorrer no material com o tempo (Smyd, 1961; Wiskott *et al.*, 1995).

Embora, a maioria das pesquisas recomende o tratamento da superfície da cerâmica com ácido hidrófluídrico a 10%, pouco se sabe sobre o comportamento da união cerâmica/cimento resinoso submetidos à ciclagem térmica, em função da concentração do ácido hidrófluídrico. Desse modo, seria oportuno o estudo sobre o comportamento da união cerâmica/cimento resinoso

após ciclagem térmica associada ao tratamento da cerâmica com diferentes concentrações de ácido hidrofúorídrico.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Buonocore, em 1955, idealizou a odontologia adesiva com o método de condicionamento ácido do esmalte, alegando que o processo aumentava a adesão da resina acrílica. A adesão de discos de resina acrílica à superfície do esmalte era maior quando condicionada com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos do que sem condicionamento. Algumas explicações foram sugeridas pelo autor, como o aumento da área de superfície condicionada e da capacidade de umedecimento da superfície, permitindo íntimo contacto da resina acrílica com o esmalte.

Brudevold *et al.*, em 1956, associaram adesivo e condicionamento da superfície da dentina com ácido hidrocloreídrico a 7%. A dentina de dentes humanos extraídos foi exposta e uma área de 5 mm de diâmetro foi delimitada, para aplicação do adesivo. Em outro grupo, foi aplicado ácido hidrocloreídrico a 7% por 1 minuto antes do adesivo e resina acrílica. Os autores verificaram que a resistência de união foi aproximadamente o dobro depois do condicionamento ácido da dentina e as uniões também foram resistentes após imersas em água, embora com diminuição de valores.

Bowen, em 1963, estudou as propriedades de polímeros restauradores reforçados por partículas vítreas de sílica com forma irregular, condicionadas com vinil-silano com o objetivo de aumentar a união entre a fase orgânica e inorgânica. O autor obteve um material onde 70% de sílica, em peso, correspondiam a aproximadamente 55% do material, em volume, incorporado ao monômero, propiciando redução da contração de polimerização e do coeficiente de expansão térmica, aumento da resistência à compressão e do módulo de elasticidade, além de menores solubilidade e desintegração em água, quando comparada à resina com sílica não tratada.

McClean & Hughes, em 1965, relataram que as fraturas das cerâmicas odontológicas ocorrem devido à existência de fendas na superfície do material, local em que se concentram tensões quando a cerâmica é submetida a cargas de

tração, fazendo com que a resistência à fratura seja menor que a resistência coesiva. Com objetivo de melhorar as propriedades da cerâmica, os autores verificaram o efeito da introdução da alumina na matriz vítrea sobre as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica. Diferentes concentrações de alumina foram utilizadas, com resultados mais satisfatórios com as amostras com conteúdo de 40% em peso de alumina. Concluíram que o uso dos cristais de alumina como reforço da matriz vítrea aumentou significativamente as propriedades mecânicas da cerâmica, sendo a resistência à fratura aproximadamente o dobro da cerâmica convencional.

Paffenbarger *et al.*, em 1967, avaliaram a resistência da união e o selamento da interface entre dentes de porcelana e resina acrílica empregando solução de γ - metacriloxipropiltrimetoxissilano e água destilada e acidificada com ácido acético (pH entre 3 e 4). Cilindros de resina acrílica foram unidos à porcelana com e sem aplicação do silano, sendo o teste de tração realizado de acordo com a especificação nº 15 da ADA. Para avaliação do selamento foram confeccionadas próteses totais com e sem a aplicação do silano sobre os dentes de porcelana e imersas em solução aquosa de azul de metileno. Os autores concluíram que o silano aumentou a resistência da união assim como diminuiu a microinfiltração entre o dente e a resina acrílica.

Myerson, em 1969, verificou a resistência da união de dentes de porcelana tratados com silano unidos às resinas acrílicas de ativação química e térmica. O conjunto porcelana/resina foi submetido ao teste de extrusão. As amostras também foram submetidas a dois tipos de ciclagem: 1 – mecânica, com carga inicial de 1,70 kgf e aumento de 0,42 kgf a cada 270 ciclos até fratura; 2 – térmica, as amostras foram submetidas às temperaturas de 5°C e 70°C durante cinco minutos em cada banho. Após 432 ciclos, as amostras foram submetidas ao teste de extrusão. O autor concluiu que a diferença no coeficiente de expansão térmica entre os materiais é a principal causadora do rompimento da união porcelana-resina acrílica e o silano melhorou consideravelmente a resistência da união.

Newburg & Pameijer, em 1978, verificaram a resistência da união da resina composta à porcelana condicionada com silano. Incisivos centrais de porcelana foram fixados em resina acrílica, sendo a área vestibular lixada para obter uma superfície plana com 6 mm de diâmetro. A superfície das amostras de porcelana foi limpa com solução de ácido fosfórico a 33% por 1 minuto, lavada, seca, seguido da aplicação de silano por 5 minutos. Foram confeccionadas 102 amostras separadas em quatro grupos: grupo A - seis dentes foram condicionados com silano e aplicação de Nuva Fil (L.D. Caulk Co.); seis dentes foram condicionados com silano e aplicação de Adaptic (J&J); e seis dentes sem aplicação de silano e aplicação de Nuva Fil; grupo B - todas as amostras receberam Nuva-Fil, sendo que seis foram expostas à ciclagem térmica e doze receberam somente tratamento com silano; grupo C - as amostras foram preparadas como no grupo A, porém o silano utilizado foi uma solução envelhecida por duas semanas; grupo D - este grupo continha 48 amostras, com doze sendo submetidas à ciclagem térmica e todas condicionadas com silano, seguido da aplicação da resina Adaptic. Os autores concluíram que a união da resina composta à porcelana dental tratada com silano produziu união eficaz e a técnica parece ser um método efetivo para reparo de restaurações de porcelana.

Rosen, em 1978, relatou que muitas teorias da ação do silano têm sido propostas como, por exemplo, as da união química e do umedecimento da superfície. A teoria química afirma que o silano une-se quimicamente com o compósito por meio da reação do grupo organofuncional com as moléculas de resina e por meio da reação dos grupos hidrolisados com o vidro ou a superfície da partícula. Isto proporciona forte união interfacial entre 50 a 100 Kcal/mol. A teoria do umedecimento mostra que o umedecimento completo de uma partícula pela resina poderia aumentar a resistência adesiva pela adsorção física que excederia a resistência coesiva da resina. Em um sistema onde a união química pode ser rapidamente obtida, a contribuição da adesão física para a adesão total não é importante. É evidente que o umedecimento da superfície não é o principal mecanismo, entretanto pode melhorar a resistência da união.

Simonsen & Calamia, em 1983, avaliaram a viabilidade do condicionamento da cerâmica e a resistência da união da cerâmica condicionada à resina composta. A superfície de 20 discos de cerâmica unidos à liga metálica não preciosa foi condicionada por 0,2, 1/2, 5, 10 e 20 minutos com solução contendo 7,5% de ácido hidrocloreídrico. Após lavagem e secagem, as superfícies da cerâmica foram cobertas com uma camada de resina sem carga e unidas aos cilindros de resina composta. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração numa máquina Instron. A resistência de união aumentou com o tempo de condicionamento, variando de 0,6 MPa na cerâmica não condicionada a 7,5 MPa com 20 minutos de condicionamento. Análise em microscópio eletrônico de varredura evidenciou uma superfície porosa quando realizado o condicionamento, ocorrendo falhas adesivas nos corpos-de-prova que não foram condicionados e falhas coesivas tanto na cerâmica como na resina composta, quando a cerâmica foi condicionada. Os autores sugerem que os valores de resistência de união obtidos neste estudo possam ser significantes clinicamente na fixação de restaurações em cerâmica, enfatizando que mais estudos são necessários para determinar tanto a solução ácida como o tempo de condicionamento ideal.

Morena *et al.*, em 1986, realizaram um estudo sobre a fadiga de cerâmicas em ambiente bucal simulado. Segundo os autores, o processo de degradação das cerâmicas em meio aquoso é denominado fadiga e acredita-se ser causado pelo processo de corrosão envolvendo o crescimento de pequenas falhas pré-existentes. Devido ao fato das restaurações de cerâmica ficarem em contato constante com água presente na saliva, túbulos dentinários e agentes cimentantes, o expoente de crescimento de fratura (η) foi estudado para diferentes tipos de cerâmica-feldspática (Ceramco Gengival), alumínica (Vitadur N) e porcelana policristalina de grãos finos (Cerestone) em meio aquoso, por meio do teste de flexão biaxial. A cerâmica feldspática foi analisada em água e em saliva artificial; entretanto, as demais foram analisadas apenas em água. O material que apresenta o maior valor de η , apresenta maior probabilidade de sobreviver ao longo do tempo. Os resultados mostraram que as diferenças para o valor de η

entre as cerâmicas foi significativa. Não houve diferença entre os valores de η 13 para a cerâmica feldspática analisada em água daquela analisada em saliva artificial. Os autores concluíram que o baixo valor de η encontrado para as cerâmicas feldspáticas indica que o material é afetado de forma adversa quando exposto à água, sendo o valor de η comparável ao do vidro de silicato, conhecido como o vidro mais susceptível à fadiga dentre todas as cerâmicas. Assim, as propriedades mecânicas da cerâmica feldspática são controladas pela matriz vítrea e não pela(s) fase(s) cristalina. A cerâmica alumina, devido ao conteúdo vítreo comparável ao da cerâmica feldspática (30-40% vol.), apresentou valor do expoente de fratura (η) maior que o do vidro de silicato. Enquanto que a porcelana de grãos finos apresentou-se estável em meio aquoso. A determinação das curvas de predição de vida útil demonstrou que num período de 5 anos podem existir tensões suficientes no meio bucal capaz de acarretar falha de próteses fixas em cerâmica.

Segundo Anderson, em 1990, aproximadamente 90% de todos os fracassos mecânicos são causados por fadiga. A fadiga é um modo de fratura que ocorre nos materiais após serem submetidos à repetidas cargas. As falhas por fadiga são iniciadas por defeitos microscópicos que se desenvolvem em áreas onde ocorrerem concentrações de tensões ou ao redor dessa área. Com o passar do tempo esses defeitos tomam um tamanho crítico e falhas catastróficas ocorrem no material.

Drummond *et al.*, em 1991, estudaram o efeito do envelhecimento fisiológico da cerâmica (Cereston- J&J) em ar e água sobre o módulo de ruptura e na susceptibilidade à tensão de corrosão. A diferença existente entre os valores teóricos de resistência das cerâmicas calculados a partir das forças atômicas de união (7000 - 70.000 MPa) e os valores de resistência observados (7 - 700 MPa) devem-se à presença de microdefeitos no interior do material. Estes microdefeitos podem estar presentes no interior do material como resultado do método de preparo ou podem ser gerados durante o carregamento mecânico e/ou ataque químico. A interação da tensão mecânica e dos microdefeitos resultam em fenda,

a qual se propaga de maneira lenta até que ocorra a fratura do material. Portanto, o comportamento da fratura requer 2 etapas: a formação da fenda e depois propagação. Para avaliar o envelhecimento fisiológico, barras de cerâmica de magnésio-alumina (Cereston-J&J) com 2,5 x 2,5 x 30 mm foram confeccionadas de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, foram armazenadas em água destilada ou ar a 37°C. A resistência à fratura foi avaliada no respectivo meio de armazenagem após períodos de 0, 6 e 12 meses por meio do teste de flexão de 4 pontos. Os resultados submetidos à análise estatística revelaram que houve diferença significativa entre as amostras armazenadas em água ($96,94 \pm 15,04$ MPa) e ar ($108,50 \pm 16,11$ MPa) não havendo diferença entre os períodos de armazenagem. Os autores concluíram que água destilada teve um efeito deletério significativo sobre a resistência à fratura devido à incompleta união entre as partículas de matriz da cerâmica.

Lu *et al.*, em 1992, investigaram o efeito de vários tratamentos de superfície na resistência de união entre resina composta e cerâmica aluminizada Vitadur N (Vita), comparando diferentes tipos de silano e cimentos resinosos. Foram confeccionados 56 discos (6 mm de diâmetro x 5 mm de espessura) resina composta e 56 discos (7,8 mm de diâmetro x 1,4 mm de espessura) da cerâmica, separados em quatro grupos. No grupo 1 foi realizado apenas limpeza com ultrassom utilizando etanol por 60 segundos (grupo controle); no grupo 2, as amostras foram imersas em solução contendo 2% de ácido hidrófluorídrico, limpas em ultra-som por 150 segundos, lavadas e secas; no grupo 3, foram aplicados os agentes de silanização Porcelain Repair Primer (Kerr) e Scotchbond Ceramic Primer (3M), seguidos dos respectivos agentes adesivos Bondlite (Kerr) e Scotchbond 2 (3M); no grupo 4 foi utilizado condicionamento com ácido hidrófluorídrico e tratamento realizado no grupo 3. Os discos de resina e cerâmica foram unidos com cimento resinoso Porcelite (Kerr) e a resina composta Silux (3M) diluída em adesivo, associando sempre os materiais do mesmo fabricante. O disco de cerâmica foi embutido em resina acrílica ativada quimicamente, sendo os corpos-de-prova armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias e submetidos

ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 1 mm/minuto. Os tipos de falhas foram analisados em microscópio eletrônico de varredura. Falhas adesivas sempre ocorreram no grupo controle e as falhas coesivas em cerâmica nos grupos com condicionamento da superfície. Com os dois tipos de cimentos resinosos, os valores obtidos nos grupos tratados foram significativamente maiores que para o grupo controle. A resistência da união dos grupos tratados com condicionamento ácido e silano foi significativamente maior que os grupos condicionados com ácido. Nos grupos com silano e na combinação condicionamento ácido e silano, o emprego do Scotchprime Ceramic Primer / Silux forneceu valores de união significativamente maiores que na combinação Porcelain Repair Primer / Porcelite. Esta diferença pode estar relacionada com o maior grau de hidrólise, assim como a maior capacidade do Scotchprime Ceramic Primer de umedecer a superfície da cerâmica. Os autores concluíram que o agente de silanização tem importante papel na união entre a resina composta e a cerâmica; que a combinação do ácido hidrofúorídrico com o silano potencializa a união; e que a resistência à fratura da cerâmica parece ser alterada pela resina da fixação.

Dong *et al.*, em 1992, descreveram uma técnica de confecção de coroas e *inlays* de cerâmica injetável IPS Empress, na qual a cerâmica é composta por porcelana feldspática e cristais de leucita. Os padrões em cera devidamente construídos são colocados sobre um cilindro e incluídos em revestimento à base de fosfato. Em seguida, o bloco de revestimento juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio é levado ao forno elétrico Empress EP 500, elevando a temperatura em 5°C / minuto até 850°C durante 90 minutos. Após, um lingote da cerâmica é posicionado no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio durante 20 minutos à temperatura de 920°C. Decorrido esse tempo, uma pressão de 5 bars é aplicada por 15 minutos. O forno para automaticamente quando termina o tempo e, assim, a cavidade devidamente preenchida pela cerâmica e desincluída para futuros tratamentos. Relataram que existem dois métodos para a caracterização para esse tipo de restauração em cerâmica. O

primeiro está relacionado com colocação de pigmentos corantes sobre a superfície através do glazeamento e o segundo, com a técnica *veneer*, na qual uma parte da restauração é removida. Os autores relataram, ainda, a influência da pressão e/ou aquecimento na resistência à flexão da cerâmica. Amostras retangulares (2 x 4 x 14 mm) foram confeccionadas e submetidas às seguintes condições: Grupo 1) grupo controle, sem tratamento; 2) aquecimento por 30 minutos; 3) igual ao 2 e submetidos a duas queimas; 4) não houve aquecimento após a pressão; 5) barras aquecidas-prensadas foram submetidas a dois ciclos de queima; 6) igual ao 5, mas com 3 queimas e 1 glaze; 7) submetidas a 3 queimas de coloração e 1 glaze; 8) 2 queimas *veneer*, 3 queimas coloração e 1 glaze. Os resultados mostraram que a pressão aumentou significativamente a resistência de 74 para 126 MPa e os tratamentos térmicos aumentaram a resistência de 160 para 184 MPa. O aquecimento na ausência de pressão não teve efeito sobre a resistência. Os autores concluíram que a combinação da pressão e aquecimento produz maiores resistências devido melhor dispersão dos cristais de leucita na fase vítrea e aos diferentes coeficientes de expansão térmica entre os cristais e a matriz vítrea.

Appeldoorn *et al.*, em 1993, avaliaram a resistência ao cisalhamento de oito sistemas de reparo de cerâmica com as respectivas resinas compostas: All-Bond 2 e Bis-Fil (Bisco), Cerinate Prime e Ultra-Bond (Dent-Mat), Clearfil Porcelain Bond e Clearfil Photo-Anterior (Kuraray), Etch-Free e Bis-Fil (Bisco), Monobond-S e Heliomolar Radiopaque (Vivadent), Porcelite e Herculite XRV (Kerr-Sybron), Scotchprime e Silux Plus (3M) e Silistor e Multifil VS (Kulzer). Foram confeccionadas 160 amostras da cerâmica Ceramic II (Ceramco) e fixadas em lingotes da liga Rexillum III (Jeneric-Pentron). As amostras de cerâmica receberam acabamento com lixas de carvão de silício de granulação 320, sendo separadas em grupos de 20 amostras cada para aplicação dos sistemas de reparo seguindo as instruções dos fabricantes. Um cilindro de resina composta com 4,30 mm de diâmetro foi fixado à superfície da amostra de cerâmica e fotopolimerizado por 80 segundos. Metade das amostras de cada grupo foi armazenada a 37°C por 24 horas e a outra metade, armazenada por 3 meses e termociclada 2.500 vezes em

banhos de 1 minuto a 5°C e 55°C. Todas as amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento à velocidade de 5 mm/minuto numa máquina de ensaio universal Instron, sendo analisado os padrões de falha. Não houve diferença estatística em 24 horas de armazenagem entre o Etch-Free (23,5 MPa), All-Bond 2 (22,3 MPa) e Clearfil Porcelain Bond (18,5 MPa), que apresentaram os maiores valores de resistência ao cisalhamento. Contudo, houve diferença estatisticamente significativa destes três materiais para os outros cinco sistemas. Para os sistemas testados após 24 horas, o padrão de falha foi coesivo na cerâmica. Para a armazenagem de 3 meses e termociclagem, a resistência de união do Clearfil Porcelain Bond (20,7 MPa) foi estatisticamente superior ao dos outros sete sistemas, predominando a falha coesiva na cerâmica, com exceção do Etch-Free (18,4 MPa), onde as falhas foram adesivas. Para o silano Scotchprime, o valor de resistência de união foi de 15,1 MPa após 24 horas e de 14,9 MPa após termociclagem. Os valores menores de união ocorreram com os sistemas Cerinate (8,8 MPa) e Silistor (4,2 MPa), sendo as falhas adesivas. Os autores afirmaram que os sistemas de reparo têm apresentado melhora quando comparados com sistemas empregados em estudos anteriores, fazendo-se necessários estudos clínicos para confirmação dos resultados.

White, em 1993, relatou que as cerâmicas são conhecidas pela fadiga estática química na presença de umidade em temperatura ambiente, entretanto desconhecia-se que as cerâmicas sofriam fadiga mecânica. No estudo, demonstrou-se a existência de fadiga cíclica induzida mecanicamente na cerâmica feldspática, sob condições ambientais. A taxa de crescimento (dc/dN) foi consistente com o Paris Law, o qual era baixo em função da taxa de tensão aplicada intensivamente (σ_K) controlando o fenômeno de fadiga mecânica. Um expoente Paris (m) de ordem 4, e constante C de ordem 2×10^{-6} foi calculado. Segundo o autor, a susceptibilidade da cerâmica dental para fadiga mecânica e a possibilidade de interação entre a fadiga estática química e mecânica deviam ser estudadas.

Kern *et al.*, em 1994, avaliaram a influência da armazenagem em água e ciclagem térmica na resistência à fratura de dois diferentes modelos para próteses parciais fixas confeccionadas com a cerâmica In Ceram. As próteses foram fixadas em dentes naturais recém-extraídos preparados, os quais foram suportados por uma membrana periodontal artificial. Quarenta estruturas de próteses parciais fixas de três elementos foram construídas; sendo que 20 possuíam caixas proximais e as outras não. As próteses confeccionadas foram fixadas com cimento resinoso de presa dupla PANAVIDA-TC e armazenadas da seguinte forma: dez amostras para cada preparo em solução de timol a 0,1% a 37°C por 7 dias; e, por 150 dias em saliva artificial a 37°C com 250 ciclos entre 5°C e 55°C a cada dois dias. Terminado o período de armazenagem, cada amostra foi carregada no pântico paralelo ao longo eixo dos *abutments* com velocidade de 2 mm/minuto até fratura. Os autores constataram que a armazenagem das amostras durante 150 dias em saliva artificial e termociclagem resultou significativa redução da resistência à fratura quando comparado com as amostras armazenadas durante 7 dias sem termociclagem.

Roulet *et al.*, em 1995, avaliaram os efeitos das condições de tratamento e armazenagem na resistência da união entre cerâmica/composito. Foram obtidos cilindros e blocos das cerâmicas Dicor (Dentsply), Mirage (Mirage) e Vitabloc (Vita), sendo aplicado um dos seguintes tratamentos na superfície da cerâmica: 1 - lixa de granulação 600; 2 - jateamento com óxido de alumínio por 3 segundos; 3 - condicionamento ácido com gel de amônia ou ácido fluorídrico por 90 segundos. Três tipos de silanos foram empregados: 1 - 2,5% em volume de γ -metacriloxipropiltrimetoxissilano, 2,5% em volume de ácido acético misturado com 95% de etanol; 2- 2,5% em volume de γ -metacriloxipropiltrimetoxissilano a 0,5% em volume de N,N dimetil paratoluedina e 2,5% em volume de ácido acético misturado com 94,5% em volume de etanol; 3 - 2,5% em volume de viniltriclorossilano e 2,5% em volume de ácido acético misturado com 95% de etanol. O tratamento com os silanos consistiu na imersão das amostras nas respectivas soluções por 30 segundos, seguido de jato de hidrofluorcarbono por 5

segundos. Metade das amostras silanizadas foi armazenada à temperatura ambiente por 60 segundos antes das superfícies serem cobertas com agente adesivo fotopolimerizável à base de Bis-GMA / TEGDMA (Experimental - Dentsply); a outra metade foi seca a $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ com jato de ar quente por 60 segundos e resfriado à temperatura ambiente antes da aplicação do adesivo. A seguir, os cilindros e blocos foram fixados com cimento resinoso Dual Cement (Vivadent), empregando carga de 10 N, seguido de remoção dos excessos de cimento e fotoativação. Todos os corpos-de-prova foram armazenados a seco à temperatura ambiente. Após 24 horas, 5 dos 10 corpos-de-prova por grupo foram submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,5 mm/minuto. O restante foi armazenado em água a 37°C por 12 meses antes do teste de cisalhamento. Os padrões de fratura foram analisados visualmente e corpos-de-prova selecionados foram analisados em microscópio eletrônico de varredura. O maior valor de união foi obtido com o condicionamento ácido (28,3 MPa) associado com silano aquecido, enquanto o menor valor foi obtido com lixa de granulação 600 (2,7 MPa). O jateamento forneceu valores intermediários, sendo 9,1 MPa com silano seco à temperatura ambiente e 15,0 MPa com o silano aquecido. O armazenamento em água reduziu os valores de união de 50% a 75%, exceto para os corpos-de-prova condicionados com ácido. Em relação aos silanos, a solução 2,5% em volume de viniltriclorosilano promoveu os maiores valores de resistência de união. Os autores concluíram que a retenção mecânica parece ser o fator principal na resistência de união da cerâmica/compósito.

Burke *et al.*, em 1995, investigaram o efeito de um sistema adesivo e do condicionamento da cerâmica na resistência à fratura de coroas de cerâmica pura. Foram realizados preparos para coroa total em 40 premolares humanos, sendo confeccionadas coroas com a cerâmica Mirage (Chameleon Dental). As amostras foram separadas em 4 grupos: 1 – a superfície interna da cerâmica foi condicionada com uma solução de ácido nítrico, fluorídrico e hidrocloreídrico, seguido da aplicação do silano. O dente foi tratado com o sistema adesivo Mirage

ABC (Chameleon Dental) seguindo as instruções do fabricante e cimentos resinosos de dupla ativação foram empregados para a cimentação das coroas; 2- as amostras foram tratadas da mesma forma que no grupo 1; porém, não foram condicionadas com o ácido nem aplicação do silano; 3 – as amostras foram tratadas como no grupo 1, não sendo aplicado o sistema adesivo no dente; 4 – a cimentação foi realizada com cimento de fosfato de zinco. Os corpos-de-prova foram armazenados em água à temperatura ambiente por 24 horas e submetidos ao teste de compressão numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 1 mm/minuto. As medidas obtidas foram: grupo 1 – 0,77 kN; grupo 2 – 0,76 kN; grupo 3 – 0,55 kN; grupo 4 – 0,39 kN. Os resultados mostraram resistência à fratura superior quando empregado o sistema adesivo e o cimento resinoso.

Wiskott *et al.*, em 1995, fizeram uma revisão sobre fracassos em próteses provocados por fadiga. Segundo os autores, a fadiga era provocada pelo desenvolvimento de microfalhas em áreas onde ocorriam concentrações de tensões. Com a carga atuando continuamente, as falhas fundiam formando fissuras maiores, as quais provocavam enfraquecimento do material. Fracassos catastróficos ocorriam quando o ciclo da carga final excedia a capacidade mecânica do material.

Söderholm & Reetz, em 1996, realizaram uma revisão sobre os fatores que afetam a confiabilidade das uniões por intermédio de cimentos resinosos. Segundo os autores, vários fatores determinam a qualidade da união resinosa: 1 - resistência do substrato; 2 - habilidade da resina em “molhar” a superfície do substrato; 3 - qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato; 4 - resistência da resina polimerizada; 5 - tensões induzidas na resina durante a polimerização; 6 - qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina; 7 - resistência superficial da dentina. Enfatizaram que a superfície lisa não contribui para a retenção mecânica, sendo que o condicionamento ácido forma retenções na superfície a ser cimentada, nas quais a resina pode penetrar e formar união mecânica. O jateamento com óxidos de alumínio forma defeitos superficiais

cônicos ao invés de reentrâncias, o que não irá assegurar um entrelaçamento mecânico igualmente bom que resista às tensões de tração. Se a força é orientada paralela à superfície jateada aumenta a retenção comparada com à superfície lisa. Os autores relataram que o sucesso da união adesiva depende de como a resina infiltra na superfície da estrutura dentária e da restauração. Os tratamentos que tornam a superfície organofílica potencializam a união pelo aumento da infiltração da resina nas irregularidades, o que é conseguido com a aplicação do silano, particularmente na superfície da cerâmica. O silano pode formar uniões químicas entre a cerâmica e o cimento resinoso, sendo chamado de *primer* cerâmico. Alguns problemas estão associados com este material: 1 - a solução deve ser nova para que não ocorra polimerização por condensação antes do uso; 2 - não deve ser exposto à umidade para evitar a hidrólise, pois os grupos hidrolisados do silano reagem uns com os outros e o material perde a capacidade de unir-se com a cerâmica; 3- o silano forma camadas multi-moleculares quando aplicado na superfície da cerâmica; portanto, deve ser obtida uma fina camada, pois camada espessa bloqueia as reentrâncias e pode não se polimerizar totalmente, sendo dois fatores de redução na união; 4- o silano não deve ser contaminado após ser aplicado na cerâmica e antes de entrar em contato com a resina.

Segundo Göpferich, em 1996, a degradação de qualquer estrutura ou material ocorre devido o desarranjo químico e físico, proporcionado pela separação parcial ou completa de átomos ou moléculas que constituem a estrutura, acarretando alteração significativa nas propriedades.

Kamada *et al.*, em 1998, avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Cerec 2 (Vita) na resistência da união ao cisalhamento empregando os cimentos resinosos Super-Bond C&B (Sun-Medical), Panavia 21 (Kuraray), Clapearl (Kuraray) e Vita Cerec Duo Cement (Vita). Foram confeccionadas amostras retangulares (10 mm de comprimento x 8 mm de largura x 2,5 mm de espessura) e cilíndricas (6 mm de diâmetro x 2,5 mm de espessura), sendo abrasionadas com papel de carbetto de silício de granulação 600, servindo como controle (grupo 1). Outros três tratamentos de superfície foram avaliados:

condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 60 segundos e lavagem por 5 segundos (grupo 2); aplicação de um agente de silanização e secagem por 5 segundos (grupo 3); e condicionamento ácido seguido da aplicação do silano semelhante aos grupos 2 e 3 (grupo 4). As amostras de cerâmica com tamanhos distintos foram unidas com um dos quatro cimentos resinosos em uma área de união de 4 mm de diâmetro delimitada por fita adesiva. Metade das amostras foi armazenada em água a 37°C por 24 horas e a outra metade submetida a 20.000 ciclos térmicos a 4°C e 60°C por 1 minuto cada banho antes do ensaio de cisalhamento. Os tipos de falhas foram observados em microscópio óptico. Os resultados mostraram que o tratamento com silano aumentou a resistência ao cisalhamento comparado com o grupo controle, exceto quando realizado apenas o condicionamento ácido. Não houve diferença estatística nos valores de união quando a cerâmica foi tratada com silano ou quando associado condicionamento ácido e silano. Após ciclagem térmica, todos os corpos-de-prova tratados com a combinação ácido fosfórico e silano apresentaram falha coesiva na cerâmica, exceto os cimentados com Super-Bond C&B. Os autores concluíram que a aplicação do silano foi essencial para obtenção de maior resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica.

Leevailoj *et al.*, em 1998, avaliaram *in vitro* a incidência de fratura das coroas de cerâmicas puras In Ceram e Vitadur Alpha em função do tempo de armazenamento durante 2 meses. As coroas foram fixadas com um dos 3 cimentos de ionômeros de vidro Fuji I; Fuji Plus ou Vitremer e com um dos cimentos resinosos Advance ou Panavia 21. Foram obtidos padronizações do preparo em 50 pré-molares humanos com dimensões de 1,2 mm de ombro cervical e 3,0 mm de altura. Posteriormente foram separados em 5 grupos (n=5) com 5 diferentes cimentos. Os preparos foram moldados para obtenção dos modelos de gesso com finalidade de aplicação das cerâmicas de acordo com as instruções dos fabricantes. As amostras foram cimentadas com carga de 2,2 kgf por 15 minutos, armazenados a 37°C em solução salina a 0,8%. Em seguida foram submetidas ao teste de resistência à fratura utilizando a máquina de ensaio

universal Instron com velocidade de 0.5 mm/minuto até ocorrer fratura dos materiais. Os resultados foram submetidos a ANOVA e ao teste de Newnam-Keuls ($p < 0,05$). Os resultados mostraram que as coroas In Ceram fixadas com cimento resinoso Panavia 21 (143,2 kgf) apresentaram resultados sem diferença estatística em relação ao cimento de ionômero de vidro Vitremer (135,6 kgf). As coroas de cerâmica Vitadur Alpha fixadas com Panavia 21 (102,2 kgf) apresentaram resultados estatisticamente superiores em relação ao Vitremer (86,6 kgf). Concluindo afirmam que menor resistência obtida com as coroas In Ceram fixadas com o cimento de ionômero de vidro podem ter sido influência da sorpção de água e expansão do cimento de ionômero de vidro

Drummond *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência à flexão sob carga cíclica e estática, e a resistência à fratura sob carga estática de seis cerâmicas. A intenção foi comparar a resistência de quatro cerâmicas reforçadas por leucita com uma cerâmica feldspática de baixa fusão e uma experimental contendo dissilicato de lítio. Amostras medindo (2,5 x 5 x 20 mm) foram confeccionadas com as três cerâmicas e submetidas ao ensaio de resistência à flexão de três pontos, resistência à fratura imediatamente e após a armazenagem em água destilada e ao ar por três meses. Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foram realizadas nas superfícies fraturadas e polidas. Os resultados mostraram que a resistência à flexão para os grupos controle em ar ou água (sem envelhecimento ou carga cíclica) variaram entre 67 a 99 MPa, exceto para a cerâmica experimental, a qual foi duas vezes mais resistente (191 a 205 MPa). O efeito do teste em água e armazenagem por três meses causou diminuição na resistência à flexão (6-17%) e de moderada a severa redução na resistência à fratura (5-39%). A maior diminuição na resistência à flexão foi observada quando as amostras foram submetidas às cargas cíclicas. As melhores propriedades mecânicas observadas para a cerâmica experimental de dissilicato de lítio foram atribuídas ao tamanho da partícula e sua distribuição uniforme na cerâmica e não necessariamente na diferença em composição.

Luo *et al.*, em 2001, estudaram os efeitos do aumento do tempo de condicionamento da superfície da cerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent). Foram confeccionadas 21 amostras da cerâmica IPS Empress 2, polidas e limpas em ultrassom por 5 minutos em acetona antes e após condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 9,6%. Os tempos de condicionamento foram 0; 10; 20; 30; 60; 90 e 120 segundos. A microestrutura foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microscopia de força atômica (MFA) para avaliar a rugosidade superficial e topografia. As observações em microscópio eletrônico de varredura (MEV) mostraram que o condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 9,6% resultou na dissolução da matriz de vidro e que os cristais suportados parcialmente dentro da matriz de vidro foram perdidos com o aumento no tempo de condicionamento. A microscopia de força atômica (MFA) mostrou que o condicionamento ácido aumentou a rugosidade das cerâmicas. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrou o modo de ação do ácido hidrofluorídrico 9,6% sobre a cerâmica e a microscopia de força atômica (MFA) mostrou a extensão da degradação da superfície devido ao condicionamento ácido na cerâmica de dissilicato de lítio.

Spohr *et al.*, em 2003, avaliaram a resistência à tração da união entre cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 (Ivoclar) e materiais de fixação sob diferentes tratamentos na superfície da cerâmica, associado ou não à aplicação do silano. Foram confeccionados 240 discos em cerâmica com 5,5 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura, separados em 12 grupos de 10 pares de discos e submetidos aos seguintes tratamentos: Grupos 1 e 7 – jateamento com óxido de alumínio 100 µm; Grupos 2 e 8 – jateamento com óxido de alumínio 100 µm e aplicação do silano; Grupos 3 e 9 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm; Grupos 4 e 10 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm e aplicação do silano; Grupos 5 e 11 – condicionamento com ácido hidrofluorídrico 10%, por 20 segundos; Grupos 6 e 12 – condicionamento com ácido hidrofluorídrico 10%, por 20 segundos e aplicação do silano. Os discos em cerâmica dos grupos 1 a 6 foram unidos em pares com adesivo Single Bond e cimento resinoso Rely X, e os

discos dos grupos 7 a 12, com cimento de ionômero de vidro modificado por resina ProTec CEM. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 horas, seguido de 500 ciclos térmicos de 5°C e 55°C, com duração de 1 minuto em cada banho. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em máquina Instron (Modelo 4411) com velocidade de 1 mm/minuto. O tipo de falha foi verificado com lupa estereoscópica com aumento de 20 vezes. As médias dos resultados foram: Grupo 1 – 3,80 MPa; Grupo 2 – 8,35 MPa; Grupo 3 – 5,35 MPa; Grupo 4 – 11,84 MPa; Grupo 5 – 16,94 MPa; Grupo 6 – 25,36 MPa; Grupo 7 – 0,51 MPa; Grupo 8 – 3,61 MPa; Grupo 9 – 0,64 MPa; grupo 10 – 4,06 MPa; grupo 11 – 4,75 MPa; e, Grupo 12 – 11,20 MPa. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($p < 0,05$) e mostraram que a fixação com cimento resinoso Rely X proporcionou maiores valores de resistência à tração em relação ao ProTec CEM, independente do tratamento superficial da cerâmica e silanização ($p < 0,05$); o tratamento da superfície da cerâmica com ácido hidrófluorídrico a 10% forneceu maiores valores de resistência à tração ($p < 0,05$) em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50 e 100 μm , independente do material de fixação e silanização; a aplicação do silano aumentou a resistência de união da cerâmica em relação às superfícies sem aplicação do silano, independente do material de fixação e tratamento superficial da cerâmica. Nos corpos-de-prova fixados com o ProTec CEM, as falhas foram adesivas quando associado o jateamento com óxido de alumínio sem aplicação do silano, e predominantemente coesivas no cimento quando realizado condicionamento com ácido hidrófluorídrico e silanização. Nos corpos-de-prova fixados com Rely X, as falhas foram predominantemente mistas.

Sálvio, em 2003, avaliou o efeito do tempo de armazenagem em água (24 horas e 1 ano) na resistência à tração da união entre cerâmica de infraestrutura IPS Empress2 e o material de fixação Variolink II após diferentes tratamentos da superfície da cerâmica. Foram confeccionados cento e oitenta discos em cerâmica com 5,5 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura e separados em 6 grupos de 15 pares. Cada grupo foi submetido aos seguintes

tratamentos: Grupos 1 e 4 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm, por 5 segundos; Grupos 2 e 5 – jateamento com óxido de alumínio 100 µm, por 5 segundos; Grupos 3 e 6 – condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 10%, por 20 segundos. O silano foi aplicado sobre a superfície da cerâmica tratada e os discos de cerâmica de cada grupo foram unidos em pares com agente de união Heliobond e o cimento Variolink II. Os corpos-de-prova dos grupos 1 a 3 foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 horas e os grupos 4 a 6 a 37°C durante 1 ano. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em máquina Instron com velocidade de 1 mm/minuto. O tipo de falha foi verificado numa lupa estereoscópica com aumento de 20 vezes. Os resultados do teste de tração foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($p < 0,05$). O autor concluiu que as condições de armazenagem diminuíram a resistência de união entre cerâmica/cimento resinoso no período de armazenagem de 1 ano, para os três tratamentos de superfície. O tratamento da cerâmica com ácido fluorídrico a 10% proporcionou valores de resistência à tração maiores em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50 µm e 100 µm, para os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano e as falhas foram predominantemente mistas para o condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 10% e adesivas para jateamento com óxido de alumínio 100 µm e 50 µm.

Em 2003, Caldas avaliou a resistência à fratura e à fadiga + fratura da cerâmica In Ceram, IPS Empress 2 e Cergogold a seco e em água destilada, fixadas sobre dentes bovinos com os cimentos resinoso e ionômero de vidro modificado por resina. Cento e oitenta incisivos bovinos foram incluídos em resina acrílica. As porções coronárias foram preparadas para receber coroas totais completas, com paredes convergentes de 8 graus e término cervical em ombro arredondado. Sessenta *copings* com 8 mm de diâmetro por 8,5 mm de altura foram confeccionados com cada uma das cerâmicas In Ceram, IPS Empress 2 e Cergogold. Após aplicação do glaze, trinta coroas foram fixadas sobre os dentes bovinos com cimento resinoso e trinta com o cimento de ionômero de vidro modificado por resina, para cada sistema cerâmico. As coroas foram fixadas com

auxílio de prensa pneumática, com carga estática de 9 kgf, por 1 minuto. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. No primeiro grupo, para cada sistema cerâmico e cimento (resinoso e ionômero de vidro), dez corpos-de-prova foram submetidos ao teste de fratura a uma velocidade de 1,0 mm/minuto. O segundo grupo foi submetido ao teste de fadiga por 60.000 ciclos, com carga de 75 N, aplicada com força em forma sinusoidal com 2 Hz, em água destilada seguido pelo teste de fratura e o terceiro grupo com fadiga em ambiente seco, mais fratura em máquina de teste universal. Os resultados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey ($p<0,05$) e mostraram que a resistência à fratura das coroas In Ceram e IPS Empress 2 fixadas com cimento resinoso e ionômero de vidro foram estatisticamente maiores ao do Cergogold ($p<0,05$). Nenhuma diferença estatística foi observada entre In Ceram e IPS Empress 2; A resistência do In Ceram, IPS Empress 2 e Cergogold fixadas com cimento resinoso e de ionômero de vidro diminuiu significativamente após fadiga em meio seco e úmido em relação a resistência à fratura sem fadiga ($p<0,05$). Nenhuma diferença estatística foi observada para o cimento de ionômero de vidro; As coroas In Ceram, IPS Empress 2 e Cergogold fixadas com o cimento resinoso apresentaram valores de resistência estatisticamente maiores às fixadas com cimento de ionômero de vidro modificado por resina, para os três tipos de ensaios

Em 2004, Jin *et al.*, avaliaram o efeito do tempo de armazenagem em água na resistência à fadiga cíclica e estática da cerâmica IPS Empress 2. Cento e trinta discos com 13 mm diâmetro e 1,2 mm de espessura foram confeccionados e armazenados em água destilada. Sessenta e cinco discos foram utilizados para cada tipo de teste (cíclico e estático) e avaliados antes e após 1 ano de armazenagem em água a 37°C. O teste de fadiga cíclico, foi realizado utilizando uma esfera de 3 mm para a aplicação da força em forma sinusoidal com 5 Hz em máquina hidráulica. A resistência à fadiga cíclica de 10, 1000 e 100.000 foi determinada pelo método *starcas* ($n=15$). A fadiga estática foi realizada de maneira similar ao teste cíclico, com aplicação de força estática de 180, 200, 220

e 240 MPa. A resistência de fadiga estática de 3 a 5 espécimes para cada nível de tensão foi medido. As resistências à fadiga cíclica antes e após armazenagem foram comparadas pelo teste-t. As regressões lineares dos gradientes de resistência à fadiga cíclica e estática foram avaliadas pela análise de covariância. Os resultados mostraram que a resistência à fadiga da cerâmica IPS Empress 2 não diminuiu após 1 ano de armazenagem em água.

Blatz *et al.*, em 2004, avaliaram a resistência de união de diferentes materiais utilizados para cimentação e silanização. Oitenta corpos-de-prova foram confeccionados com a cerâmica Procera AllZircon (10X10X2 mm). Após a realização do tratamento de superfície com partículas de óxido de alumínio, os corpos-de-prova foram separados em 4 grupos de acordo com o sistema de união utilizado: G1- SE-PAN (Clearfiel SE Bond/Porcelain Bond ativador com Panavia F), G2- SE-REL (Clearfiel SE Bond/Porcelain Bond ativador com RelyX ARC), G3- SB-REL (Ceramic Primer, Single Bond com RelyX ARC) e G4- NO-PAN (Panavia F sem adesivo/agente de silanização). Amostras cilíndricas confeccionadas com a resina Z250 foram unidas à cerâmica utilizando o material de fixação indicado para cada grupo. Dez amostras de cada grupo foram armazenadas por 3 dias em água destilada. As amostras remanescentes de cada grupo foram testadas após armazenagem em água destilada por 180 dias e ciclagem térmica de 2000 ciclos (5°C e 60°C por 15 segundos) a cada 30 dias totalizando 12.000 banhos. O ensaio de cisalhamento foi realizado em máquina de teste Universal Instron, com carga de 1 mm/minuto. Os resultados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Tukey e mostraram que após 3 e 180 dias, os cimentos SE-REL e SE-PAN aumentaram a resistência da cerâmica.

Meyer Filho *et al.*, em 2004, realizaram um estudo, cujo objetivo era avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície na adesão entre uma cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS Empress 2) e uma resina composta (Filtek Z250). Quatro grupos com blocos cerâmicos de 7x7x5 mm foram tratados da seguinte forma: Grupo 1 – ácido hidrofluorídrico 9,5% por 20 segundos e silano por 3 minutos; Grupo 2 - silano por 3 minutos; Grupo 3 – ácido hidrofluorídrico por

20 segundos; Grupo 4 – sem tratamento. O adesivo Scotchbond foi aplicado nas superfícies cerâmicas tratadas e em seguida todas foram cobertas com resina composta Filtek Z250. Os blocos cerâmicos foram cortados na forma de palitos que foram submetidos ao teste de flexão numa máquina Instron. Os resultados mostraram que o tratamento com ácido hidrofluorídrico e aplicação de silano tem melhor efeito na adesão cerâmica-resina.

Shen *et al.*, em 2004, investigaram os tipos de falhas com teste de microtração de blocos cerâmicos de leucita (IPS Empress) com diferentes tipos de tratamento de superfície, com ou sem aplicação de ar aquecido e silanização, seguindo dois protocolos e analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Concluíram que a aplicação de silano com jatos de ar aquecido tem efeito melhor na adesividade entre a cerâmica e o compósito que a silanização em temperatura ambiente e as fraturas do tipo coesivas foram predominantes nos grupos que receberam o ar aquecido em relação às silanizadas em temperatura ambiente.

Nagai *et al.*, em 2005, avaliaram as características de adesão entre uma cerâmica de dissilicato de lítio sob três tipos de tratamento de superfície: ácido fosfórico 37%, ácido hidrofluorídrico 5% e abrasão com jato de óxido de alumínio. Os sub-grupos receberam quatro tipos distintos de cimentação: Grupo 1 - cimento Variolink II, Grupo 2 - Silano + Variolink II, Grupo 3 – adesivo acrílico Super Bonder e Grupo 4 – Silano + Super Bonder. Os grupos foram analisados antes e após a termociclagem, sendo o resultado mais efetivo o grupo que recebeu o tratamento com ácido hidrofluorídrico + silano. O melhor resultado antes da termociclagem foi de 71,5 MPa e após a termociclagem de 61,2 MPa. Os outros grupos que receberam silano também tiveram melhor adesividade em relação aos que não receberam, antes e após a termociclagem.

Em 2006, Zandinejad *et al.* realizaram um estudo sobre o efeito da porosidade da cerâmica com cristais de leucita nas propriedades mecânicas de um novo compósito dental comparando com os compósitos convencionais com partículas de vidro. Segundo os autores, a diferença nos valores de resistência ao

microcissalhamento pode ser explicada com base no tamanho das microretenções provocadas pela maior concentração do ácido hidrófluorídrico. Este fato pode ser explicado devido à profundidade aumentada das microretenções na superfície da cerâmica, promovendo imbricação maior entre o cimento resinoso e a superfície condicionada, sendo a penetração do cimento resinoso nos poros melhorada com a aplicação do silano.

Escibano & La Macora, em 2006, verificaram três diferentes tipos de cimentos resinosos: Multilink System, Rely X Unicem e Panavia F light. Todos os corpos-de-prova foram confeccionados com cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS Empress 2) e receberam tratamento de superfície com ácido hidrófluorídrico a 5% e posterior silanização. Os corpos cerâmicos foram cimentados ao tecido dentinário de molares humanos, que receberam os seguintes tratamentos para cada tipo de cimento: ácido fosfórico 37% seguido de adesivo dentinário para o Multilink e para o Panavia, não sendo realizado nenhum tratamento dentinário para o Rely X Unicem. O melhor resultado foi na cimentação com o Panavia F, seguido do Multilink. O Rely X Unicem teve o pior desempenho.

Sálvio *et al.*, em 2007, avaliaram o efeito de armazenagem em água por 24 horas e 1 ano sobre a resistência de adesão entre a superfície de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS Empress 2) e cimento Variolink II, sob diferentes tipos de tratamento de superfície. Foram confeccionados 180 discos de cerâmica com 5,3x7,0x2,5mm, fixadas em resina e separadas em seis grupos, sendo: grupos 1 e 4 – tratamento de ácido hidrófluorídrico 10% por 20 segundos; Grupos 2 e 5 – jateamento com óxido de alumínio com partículas de 50 µm por 5 segundos e Grupos 3 e 6 - jateamento com óxido de alumínio com partículas de 100 µm por 5 segundos. Todos os seis grupos receberam aplicação de silano após o tratamento de superfície e os discos foram cimentados aos pares com cimento resinoso. Os grupos 1 e 3 foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e os grupos 4 e 6 foram armazenados por 1 ano. Os autores concluíram que a armazenagem em água diminuiu a adesão da cerâmica mesmo com tratamento de superfície, sendo a aplicação de ácido hidrófluorídrico com

maior valor de resistência à tensão em relação aos tratamentos com óxido de alumínio, independente do tamanho das partículas.

Matinlinna & Vallittu, em 2007, fizeram uma revisão sobre os aspectos químicos das superfícies cerâmicas condicionadas e qual seria a longevidade da adesão promovida pelo tratamento com silano. Os métodos de tratamento da superfície cerâmica foram considerados de acordo com a aplicação clínica. A aplicação de sílica triboquímica combinada com a silanização foi comparada *in vivo* e *in vitro* com outros protocolos de silanização que, de acordo com a literatura, promovem relevantes uniões entre a cerâmica e o compósito. Os autores concluíram que a função do silano é baseada na adesão química entre a cerâmica e o compósito quando há microretenções. O silano pode ser usado sem o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, apesar de ter uma boa adesão inicial, esta se deteriora com o tempo. Os estudos recentes estão baseados somente nos silanos à base de metacrilato (MPS). A família dos silanos possui grande número de outros grupos funcionais, devendo ser estudado para uso clínico.

Em 2008, Panah *et al.* avaliaram a influência dos tratamentos de superfície da cerâmica IPS Empress 2 na microtração, de acordo com o tratamento de superfície recebido. Sessenta corpos-de-prova foram confeccionados e separados em 8 grupos com 8 diferentes tratamentos de superfície: 1- sem tratamento, 2 – jateamento com óxido de alumínio com partícula de 50 µm, 3 – ácido hidrofúorídrico 9,6% por 1 minuto, 4 – silnização, 5 – AIHF, 6 – AIS, 7 – HFS e 8 – AIHFS. A análise microscópica por MEV não mostrou falhas coesivas na cerâmica e no compósito. Concluíram que a resistência da união da cerâmica IPS Empress 2 depende do tipo de tratamento de superfície, sendo o silano com jateamento de partículas de óxido de alumínio o tratamento de superfície mais efetivo.

Em 2008, Graiff *et al.* avaliaram a resistência de união entre uma cerâmica felspática CAD-CAM e a dentina humana, com dois tipos de cimentação adesiva com ativação dupla (Variolink II e Excite DSC) e o silano como agente de

união. Os autores afirmaram que a aplicação do silano na superfície da cerâmica após o condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 5% por 60 segundos aumentou a força de união para ambos os cimentos.

Moharamzadeh *et al.*, em 2008, investigaram os tipos de fratura na interface cerâmica-resina, com diferentes tipos de superfície, sendo: 1 – polida, 2 –jateadas com óxido de alumínio com partículas de 50 μm , 3 – condicionada por ácido hidrofluorídrico e 4 – condicionada por ácido hidrofluorídrico e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μm . Todos os grupos foram tratados com silano antes da aplicação do cimento (Variolink II). Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e 30 dias antes de serem examinados. Os exames após os testes foram realizados por microscopia óptica de varredura (MEV) e apontaram para a predominância de falhas coesivas no cimento.

Fabianelli *et al.*, em 2009, estudaram o efeito de diferentes tipos de tratamento de superfície na resistência de união entre uma cerâmica reforçada por leucita e um cimento resinoso. Os grupos, segundo o tratamento de superfície, foram: 1 – ácido hidrofluorídrico 9,5% por 1 minuto e aplicação de silano, 2 – aplicação de silano, 3 – ácido e silano com secagem com ar aquecido a 100°C e 4 – silano e secagem com ar aquecido a 100°C. Após a avaliação, foram apontadas falhas coesivas no cimento nos grupos 1; 3 e 4 e adesiva entre a cerâmica e o cimento no grupo 2. Concluíram que o método de aplicação do silano na superfície cerâmica tem significativa influência na adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso. Os resultados apontam que o grupo tratado com silano e secagem com ar a 100°C aumentou a força de adesão, sugerindo a possibilidade de poder eliminar a etapa do condicionamento ácido.

Em 2009, Torres *et al.* fizeram um estudo com quatro tipos de sistemas cerâmicos usados comercialmente (IPS Empress 2, Cergogold, In Ceran Alumina e Cercon). As cerâmicas receberam 3 tipos de tratamento de superfície, sendo: 1 – sem tratamento, 2 – ácido hidrofluorídrico a 9,5% e 3 – jateamento com partículas de óxido de alumínio. Todas superfícies cerâmicas foram tratadas com

silano e cimentadas com Panavia F. Os melhores resultados foram para o Empress 2, que recebeu o condicionamento com ácido hidrofluorídrico, seguido pelo grupo de Empress 2 que recebeu o jateamento com óxido de alumínio. As superfícies das cerâmicas Cercon e In Ceran Alumina não sofreram nenhuma alteração com o condicionamento ácido, sendo somente a superfície do Cercon alterada pelo jateamento com óxido de alumínio, com melhor desempenho. O jateamento com óxido de alumínio foi similar para os Cegogold e In Ceran Alumina e o condicionamento ácido foi mais eficiente nas superfícies do Empress 2 e Cergogold.

Madina *et al.*, em 2010, realizaram uma investigação sobre o efeito do condicionamento da superfície cerâmica e o ângulo de retenção em coroas confeccionadas em IPS Empress E.max. O objetivo deste estudo foi avaliar a força de retenção de coroas unitárias com 10º e 26º cimentadas sob a influência de dois diferentes tipos de condicionamento de superfície: 1 – ácido hidrofluorídrico e silano e 2 – sílica triboquímica e silano. O cimento para todos os grupos foi o Panavia F 2.0. Não houve diferença significativa para as diferentes angulações das coroas e nem entre os dois tipos de tratamento de superfície. Nenhum dos dois tipos de tratamento de superfície ou ângulo afetou a força de adesão da cerâmica IPS Empress E.max.

Naves *et al.*, em 2010, verificaram a morfologia da superfície cerâmica tratada com diferentes períodos em relação a força de adesão. Os corpos-de-prova foram separados em 12 grupos, que receberam condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 10% por diferentes tempos de aplicação: G1 e G7 – 10 segundos; G2 e G8 – 20 segundos; G3 e G9 – 40 segundos; G4 e G10 – 120 segundos e G6 e G12 – 60 + 60 segundos. Todos os grupos foram silanizados após o condicionamento e G7 e G12, receberam uma camada de resina após a silanização. O teste de microcizalhamento foi efetuado e os resultados foram submetidos à análise estatística. Os resultados mostraram que deficiente condicionamento foi obtido no tempo de 10 segundos e profundos canais foram observados nas amostras que receberam o tratamento por 120 segundos e 60+60

segundos. Espaços vazios na linha cimento-cerâmica foram encontrados somente onde foi aplicado o silano. O grupo que obteve o melhor desempenho foi o que recebeu o condicionamento por 60 segundos. O tempo de aplicação influenciou a topografia da interface e a força de união da cerâmica.

3 PROPOSIÇÃO

O propósito neste estudo foi avaliar a resistência de união ao microcisolamento da cerâmica à base de dissilicato de lítio fixada com cimento resinoso, nas seguintes variáveis:

- 1 – Tratamentos da superfície com condicionamento de ácido hidrofúorídrico nas concentrações de 5% e 10%.
- 2 – Armazenagem em água destilada a 37°C por 24 horas ou ciclagem térmica (3000 ciclos).

As hipóteses testadas foram:

- 1 - A concentração do ácido hidrofúorídrico afetaria a resistência de união ao microcisolamento.
- 2 - A ciclagem térmica afetaria a resistência de união ao microcisolamento.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 Materiais

Neste estudo foram utilizados os seguintes materiais; conforme apresentação da Figura 1. As especificações do aparelho fotoativador estão na Figura 2.

Figura 1 – Materiais utilizados no estudo e respectivos fabricantes.

MATERIAL	FABRICANTE	LOTE
Cerâmica feldspática reforçada por dissilicato de lítio IPS E.max Press	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	K33870
Cimento resinoso de presa dupla RelyX ARC	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA	GFHL
Ácido hidrófluorídrico a 10%	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	L305134C
Ácido hidrófluorídrico a 5%	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	H22513
RelyX Ceramic Primer (silano)	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA	8YK

Figura 2 – Características do aparelho fotoativador

Aparelho Fotoativador	Densidade de energia utilizada	Irradiância	Fabricante
LED-UltraLume 5 (luz emitida por diodo)	44 J/cm ²	1100 mW/cm ²	Ultradent, South Jordan, UT, USA

4.2 Método

Confecção das amostras em cerâmica:

Foram confeccionadas 20 amostras com a cerâmica IPS E.max Press (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), com 10 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3 mm de espessura obtidos em matriz de silicone por adição Express (3M ESPE) a partir de um padrão de cera. Os padrões foram obtidos com cera tipo II (Thowax, Labordental, São Paulo, Brasil) liquefeita e vertida no interior da matriz de silicone. O formador de conduto de alimentação, com 3 mm de diâmetro por 4 mm de comprimento foi fixado no padrão de cera e adaptado num cilindro plástico formador do cadinho (Figuras 3). Em seguida, um anel de silicone (Ivoclar-Vivadent) foi adaptado na base formadora do cadinho.

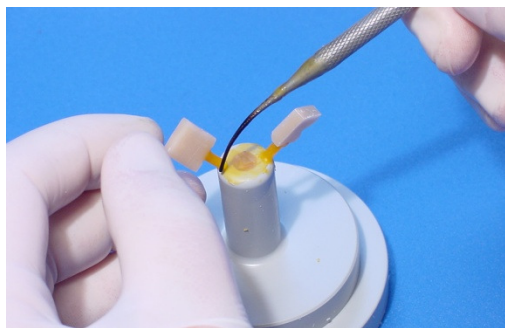


Figura 3 – A: Padrão de cera fixado na base formadora do cadinho.

O padrão de cera foi incluído com revestimento à base de fosfato IPS PressVest Speed (Ivoclar Vivadent), na proporção de 200 g de pó para 27 ml de líquido próprio do material e 27 ml de água destilada e espatulado mecanicamente a vácuo na máquina Multivac 4 (Degussa, Hanau, Germany) por 2 minutos (Figuras 4A e 4B). Após a presa, o cilindro de silicone formador do conduto de alimentação e a base foram removidos.

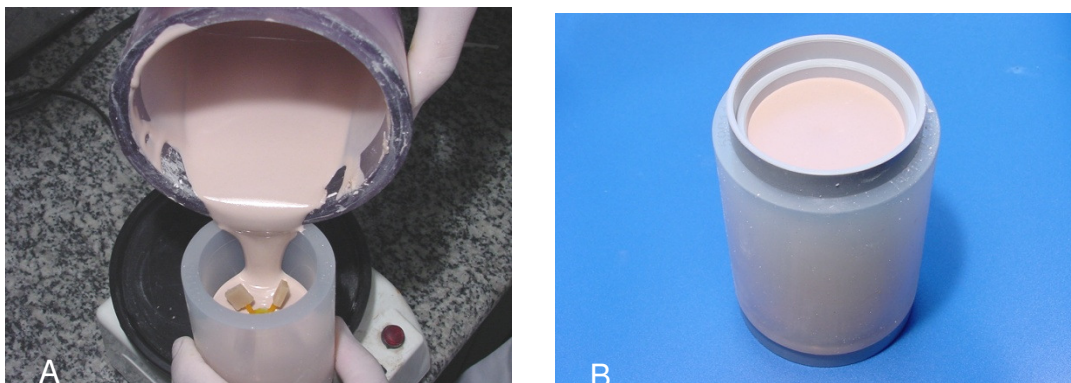


Figura 4 – A: Inclusão do padrão de cera em revestimento. B: Anel preenchido com revestimento.

Após a presa, o bloco de revestimento (Figura 5A) foi levado ao forno elétrico (7000-5P; EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, SP, Brasil.), aquecido até atingir a temperatura de 850°C e mantido por 90 minutos para eliminação da cera (Figura 5B). Depois do período de aquecimento, o bloco foi retirado do forno e 2 pastilhas da cerâmica IPS E.max Press (Ivoclar Vivadent) (Figura 6A) foram posicionadas no conduto, juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levado ao forno EP600 (Ivoclar Vivadent) (Figura 6B). O conjunto foi mantido por 20 minutos a 915°C, seguido de pressão com 5 bar por 15 minutos. Após a inclusão, o forno foi desligado e quando o bloco de revestimento atingiu a temperatura ambiente, as amostras foram retiradas seccionando-se o bloco de revestimento ao meio. Posteriormente, as amostras receberam jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (Oxyker Dry; Flli Manfredi, Torino, Itália), com pressão inicial de 4 bar e posteriormente 2 bar para remoção do revestimento em contato com as amostras. Em seguida, as amostras foram submetidas à limpeza com ultra-som por 10 minutos, seguido de lavagem em água corrente e secagem com jato de ar. O conduto de alimentação foi removido com disco diamantado (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) e o acabamento feito com ponta cilíndrica diamantada número 710 (KG Sorensen).

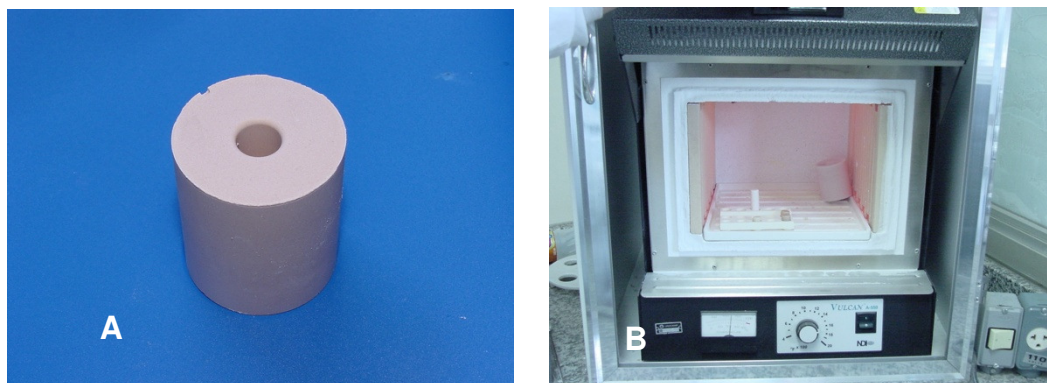


Figura 5 – A: Bloco de revestimento. B: Bloco de revestimento e êmbolo no interior do forno elétrico.

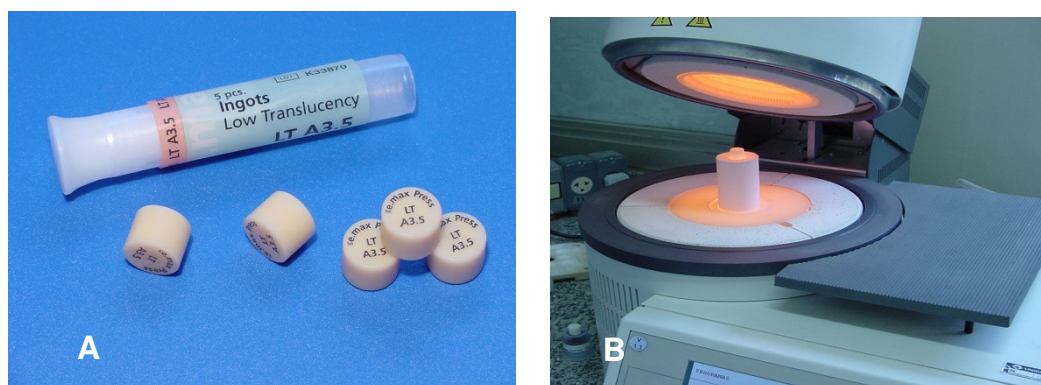


Figura 6 – A: Pastilhas de cerâmica IPS E.max Press. B: Injeção da cerâmica no forno EP 600.

O acabamento das amostras foi feito em politriz modelo APL 4 (Arotec, São Paulo, SP, Brasil) com lixas de carbeto de silício granulação 180, 320, 400, 600 e 1200 (Norton S.A., São Paulo, SP, Brasil) (Figura 7), sob refrigeração à água e limpas em ultra-som por 10 minutos e novamente levados ao forno para o glazeamento à temperatura de 769°C, sem vácuo.

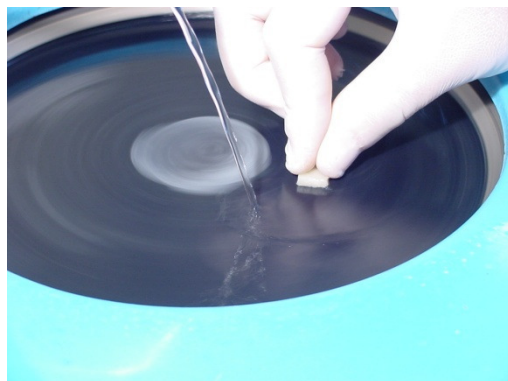


Figura 7 – Polimento das amostras com lixas de carbeto de silício.

Para fixação dos blocos cerâmicos foram obtidos 20 tubos de PVC (Tigre do Brasil S/A, Rio Claro, SP, Brasil) de 2 cm de diâmetro por 3 cm de comprimento. O bloco cerâmico foi posicionado sobre uma placa de vidro e envolto pelo tubo de PVC. Em seguida, resina acrílica ativada quimicamente Vip Flash(Dental Vip, Pirassununga, SP, Brasil) na fase arenosa foi vertida no tubo plástico, completando a fixação do bloco cerâmico (Figura 8).

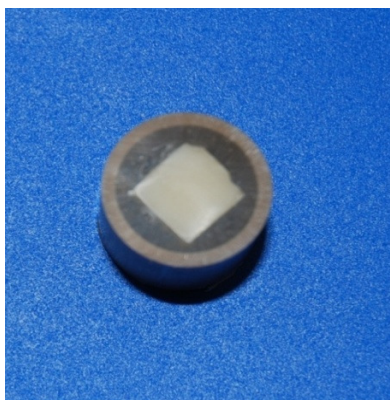


Figura 8 – Bloco de cerâmica fixado em resina acrílica.

Os blocos de cerâmicas foram separados em 4 grupos (n=40) conforme Figura 9:

Figura 9 – Grupos experimentais conforme o tratamento da superfície e ciclagem térmica.

Grupos	Tratamento de superfície	Ciclagem térmica
Grupo 1	Ácido hidrofluorídrico a 10%	Não
Grupo 2		Sim
Grupo 3	Ácido hidrofluorídrico a 5 %	Não
Grupo 4		Sim

4.3 Tratamentos de superfície da cerâmica:

1- Condicionamento com ácido fluorídrico a 10% – sobre a superfície interna (sem glaze) do bloco de cerâmica foi aplicado o gel de ácido hidrofluorídrico a 10% por 20 segundos (Figura 10), lavado por 1 minuto e limpo em ultra-som por 10 minutos com água destilada.

2- Condicionamento com ácido fluorídrico a 5% – sobre a superfície interna (sem glaze) do bloco, de cerâmica foi aplicado gel de ácido hidrofluorídrico a 5% por 20 segundos, lavado por 1 minuto e limpos em ultra-som por 10 minutos com água destilada.



Figura 10 – Aplicação do ácido fluorídrico sobre a superfície da cerâmica.

4.4 Procedimento de cimentação:

Uma matriz confeccionada com silicone por adição de consistência densa Express (3M ESPE), medindo 1 mm de espessura por 10 mm de diâmetro (Figura 11), contendo quatro orifícios cilíndricos com 1 mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície da cerâmica, para constituir os locais de cimentação usados no ensaio de microcisalhamento.

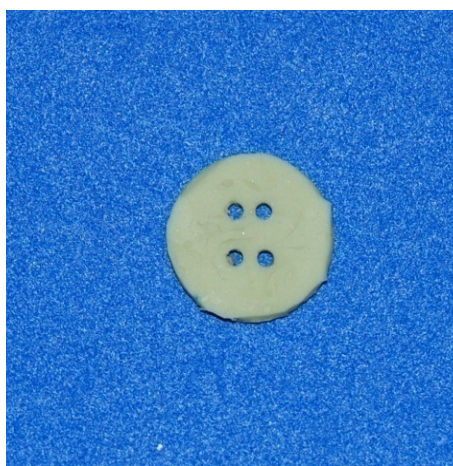


Figura 11 – Matriz de silicone

Após a limpeza e secagem, duas camadas do agente de silanização RelyX Ceramic Primer (3M ESPE) foram aplicadas por 20 segundos utilizando micropincel. Depois de 1 minuto a superfície foi seca com jato de ar por 30 segundos.

Em seguida, 10 µl de cimento resinoso RelyX ARC (3M ESPE) (Figura 12),correspondente a um *click* da bisnaga de apresentação, segundo o fabricante, foram espatulados e aplicados sobre a superfície dos blocos cerâmicos através dos orifícios da matriz de silicone. O cimento resinoso foi revestido com uma tira de poliéster mantida sob pressão digital por 40 segundos (Figura 13). Após remoção do excesso com micropincel, o cimento resinoso foi fotoativado por 40 segundos com o aparelho UltraLume LED 5 (Ultradent, South Jordan, UT, USA), com irradiância de 1.100 mW/cm² (Figura 14). A densidade de energia utilizada de 44 J/cm², foi calculada pela irradiância do aparelho de 1100 mW/cm², multiplicada pelo tempo de fotopolimerização de 40 segundos

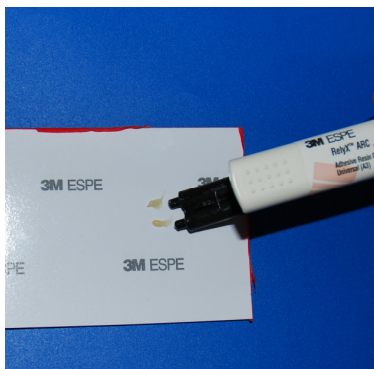


Figura 12 – RelyX ARC.



Figura 13 – Tira de poliéster pressionando o cimento.

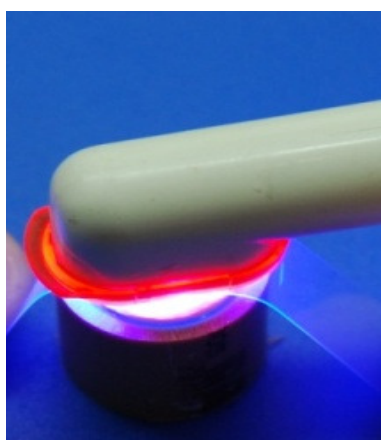


Figura 14 – Fotoativação por 40 segundos

Depois da fotoativação, a remoção das matrizes de silicone foi efetuada a partir de um corte realizado no centro, com lâmina de bisturi.

4.5 Ensaio de Ciclagem Térmica:

As amostras de cerâmica foram separadas em 4 grupos (n=40) conforme o tipo de armazenagem:

1- Controle (sem ciclagem térmica): Os blocos cerâmica-cimento resinoso dos grupos 1 e 3 depois de receberem os tratamentos de superfície, de

silanização e de cimentação foram armazenados em estufa a 37°C imersos em água destilada (Figura 15) por 24 horas.

2 - Ciclagem térmica: Após armazenagem em água destilada a 37°C por 24 horas, os blocos cerâmica-cimento resinoso dos grupos 2 e 4 foram submetidos a 3.000 ciclos térmicos na máquina MSCT 3 (Marnucci ME, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 16) com temperatura entre 5°C e 55°C por 30 segundos em cada temperatura. (Appeldoorn *et al.*, 1993; Blatz *et al.*, 2004)

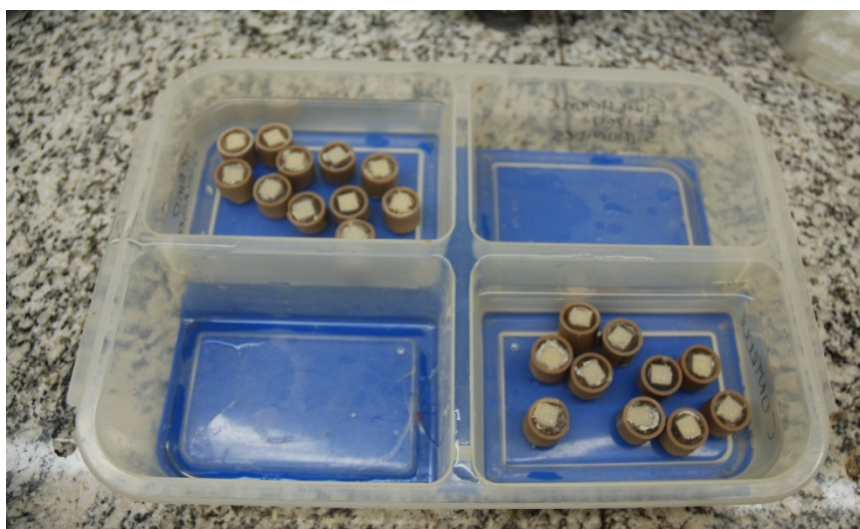


Figura 15 – Blocos imersos em água destilada para posterior armazenagem a 37° C.



Figura 16 – Máquina de ciclagem térmica.

4.6 Ensaio de microcisalhamento

As amostras obtidas foram levadas à máquina de ensaio *Instron*, modelo 4411 (Instron, Barueri, SP, Brasil) para o ensaio de resistência de união ao microcisalhamento. A amostra foi fixada na máquina de ensaio (Figura 17), posicionada no orifício de uma luva metálica e submetida à velocidade de tração de 0,5 mm/minuto, até ocorrer fratura. Um fio metálico de secção circular de 0,3 mm de diâmetro foi usado para efetuar o cisalhamento do corpo de prova. A resistência de união foi calculada em (MPa) e submetida a análise de variância e ao teste de Tukey (5%), considerando os fatores condicionamento da superfície e ciclagem e interação.



Figura 17 – Amostra posicionada para o teste de microcisalhamento.

4.7 Análise de fratura

A superfície de fratura das amostras foi observada numa lupa (Leika Microsystems GmbH, Wetzlar, Hesse, Germany) com 40x de aumento, Figura 18.

O padrão de fratura foi classificado em: adesiva (A), coesiva na cerâmica (Cce), coesiva no compósito (Cci) e mista (M), envolvendo cimento resinoso e cerâmica.

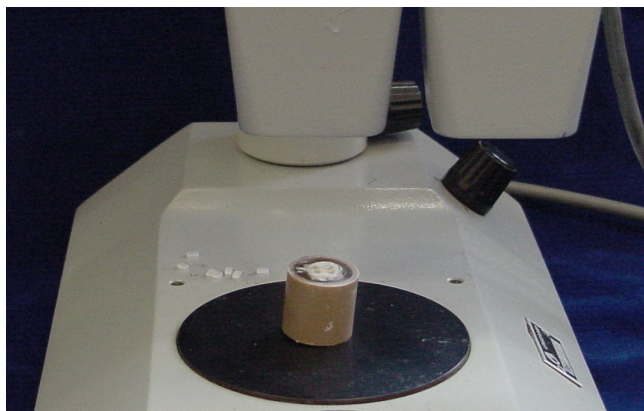


Figura 18 —: Amostra posicionada para a análise do tipo de fratura.

4.8 Análise estatística

A análise estatística foi realizada com o *software* Biostat 5.0. A resistência de união foi calculada em (MPa) e submetida a análise de variância e ao teste de Tukey (5%), considerando os fatores condicionamento da superfície e ciclagem e interação entre os dois fatores.

5 RESULTADOS

Os resultados deste trabalho estão representados nas Tabelas de 1 e 2 e nos Gráficos 1 e 2. A Tabela 1 mostra a análise de variância de dois fatores (condicionamento e ciclagem térmica) e a interação dos fatores, revelando diferença significativa para o condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 5% ou 10% ($p=0,02048$) e também para a ciclagem térmica ($p=0,00001$). A interação condicionamento com ácido x ciclagem térmica não foi estatisticamente significativa ($p=0,85186$).

Tabela 1- Análise de Variância

Causa da Variação	G. L.	S.Q.	Q. M	F	Probab. > F
Condicionamento(Co)	1	200,3119435	200,3119435	5,3747	0,02048
Ciclagem(Ci)	1	7522,8034243	7522,8034243	201,8496	0,00001
Co x Ci	1	1,2039298	1,2039298	0,0323	0,85186
Resíduo	156	5814,0200312	37,2693592		
TOTAL	159				

Média Geral : 27,452938

Coeficiente de variação = 22,238%

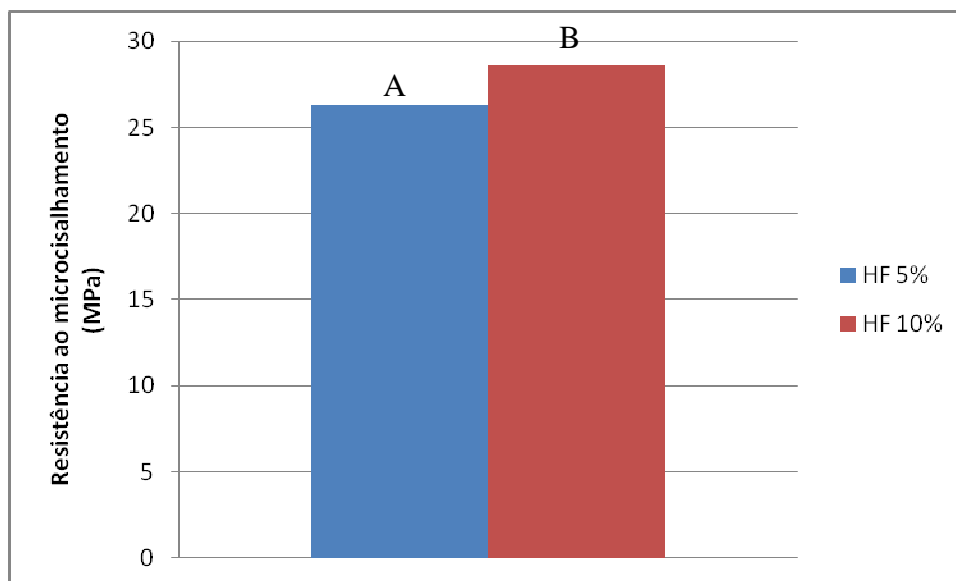


Gráfico 1 - Ilustração das médias de resistência de união ao microcissalhamento (MPa), independente da termociclagem.

A Tabela 2 e o Gráfico 2 mostram a comparação do efeito da concentração do ácido hidrofúorídrico no condicionamento da superfície da cerâmica mostrando que houve diferença entre os grupos condicionados com ácido hidrofúorídrico nas concentrações de 5 e 10%, com ou sem ciclagem térmica. . Independentemente de sofrer ou não ciclagem térmica, o efeito do ácido hidrofúorídrico 10%, obteve melhores resultados ao teste de microcissalhamento que o tratamento de superfície executado com o ácido hidrofúorídrico 5%, como está demonstrado no Gráfico 2.

Tabela 2- Médias da resistência de união ao microcissalhamento (MPa).

Condicionamento da superfície	Ciclagem térmica		Independente de Ciclagem Térmica
	Não	Sim	
Ácido hidrofúorídrico a 5%	33,28 ($\pm 5,03$) Aa	19,39 ($\pm 6,39$) Ba	26,28 ($\pm 9,44$) A
Ácido hidrofúorídrico a 10%	35,34 ($\pm 7,57$) Aa	21,80 ($\pm 5,06$) Ba	28,57 ($\pm 9,36$) B

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas na mesma linha e letras minúsculas distintas na mesma coluna foram significativamente diferentes ($p < 0,05$).

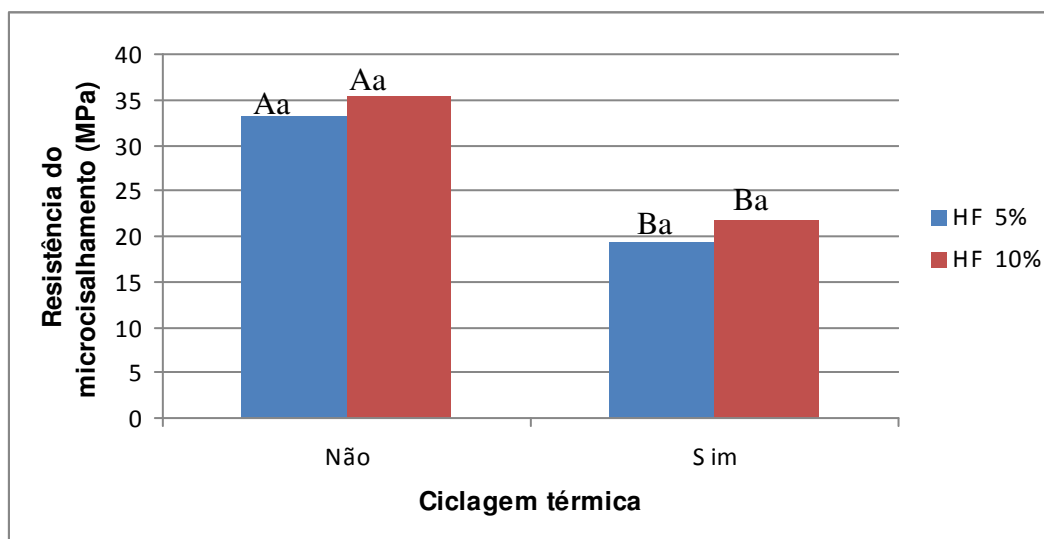


Gráfico 2- Ilustração das médias de resistência de união ao microcisalhamento (MPa), considerando os fatores condicionamento e ciclagem térmica.

A Tabela 3 descreve os resultados da análise do tipo de falha, sendo as adesivas as mais predominantes nos quatro grupos. Apesar deste fato, são percentualmente maiores nos dois grupos com ciclagem térmica, sendo seguidas pelas falhas mistas, que foram em maior número nos grupos condicionados com ácido hidrófluorídrico a 5%. Ocorreram falhas coesivas no cimento em maior porcentagem nos grupos controle, quando comparados com os ciclados termicamente e falhas coesivas na cerâmica ocorreram em percentual muito pequeno ou não ocorreram.

Tabela 3 – Resultados da análise dos tipos de falha

Condicionamento da superfície	Ciclagem térmica	Tipos de falha (%)			
		Adesiva	Mista	Coesiva no cimento	Coesiva na cerâmica
HF a 5%	Não	43%	32%	25%	0%
HF a 10%	Não	50%	11%	36%	3%
HF a 5%	Sim	65%	22%	5%	8%
HF a 10%	Sim	80%	10%	5%	5%

6 DISCUSSÃO

Além de outros fatores, o sucesso clínico das restaurações cerâmicas também depende da qualidade e durabilidade da adesão estabelecida entre a cerâmica e o cimento resinoso. A adesão do cimento resinoso à cerâmica é controlada primeiramente pelo tratamento da superfície da cerâmica, sendo as cerâmicas com maior concentração de sílica mais susceptíveis à silanização e ao condicionamento da superfície com ácido hidrofúorídrico (Meyer Filho *et al*, 2005). O tratamento da superfície com ácido hidrofúorídrico promove retenções micromecânicas na cerâmica, condição importante para aumentar a adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso. A força da união entre a cerâmica e o cimento resinoso depende do tratamento da superfície e da composição química da cerâmica e do tipo de tratamento da superfície a ser usado (Torres *et al*, 2009). Modificações na estrutura da superfície da cerâmica são feitas com a intenção de promover maior adesão ao cimento (Sálvio *et al*, 2007).

O procedimento técnico usual para a cerâmica feldspática reforçada por dissilicato de lítio, neste estudo a IPS Empress E.max Press, tem sido o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, o qual promove irregularidades na superfície da cerâmica pela remoção da fase vítrea e cristalina (Simosen & Calamia, 1983). A associação com o silano, um monômero composto por radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, propicia união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do material resinoso aplicado sobre a superfície da cerâmica condicionada (Bowen, 1963; Paffenbarger *et al.*, 1967; Newburg & Pameijer, 1978; Myerson, 1969). Após o tratamento da superfície da cerâmica, o cimento resinoso aplicado penetra nas microrretenções da superfície e a polimerização desse material é responsável pela imbricação mecânica e conseqüente retenção (Luo *et al.*, 2001).

Neste estudo, a resistência da união foi avaliada utilizando o procedimento de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 5% e 10%. O tratamento com ácido hidrofúorídrico a 10% resultou em maior resistência ao

microcissalhamento quando comparado à concentração de 5%, em ambos grupos, termociclados e não termociclados. Não houve diferença estatisticamente significativa nos valores sob influência das duas concentrações quando submetidos a termociclagem, conforme dados mostrados na Tabela 3, confirmando os resultados do estudo de Nagai *et al.* (2005), quando verificaram que o condicionamento da superfície cerâmica a base de dissilicato de lítio com ácido hidrofúorídrico, foi mais eficiente antes e depois da termociclagem, que outros meios de condicionamento de superfície, como ácido fosfórico e jateamento com partículas de óxido de alumínio. Entretanto, diferentes resultados com diferentes cimentos resinosos foram obtidos com a cerâmica à base de dissilicato de lítio condicionada com ácido hidrofúorídrico a 5 % e silanizada, em condições similares de estudo (Escribano & La Macorra, 2006). Aumento na longevidade da adesão promovida pelo silano em superfícies condicionadas sob diferentes métodos foram observados, principalmente, em relação à relevância clínica do tratamento com ácido hidrofúorídrico + silanização; entretanto, nem todos os métodos de tratamento da superfície estudados são significantes clinicamente (Matinlinna & Vallittu, 2007).

Neste estudo, a diferença nos valores de resistência ao microcissalhamento pode ser explicada com base no tamanho das microretenções provocadas pela maior concentração do ácido hidrofúorídrico. Segundo Zandinejad *et al.* (2006), este fato pode ser explicado devido à profundidade aumentada das microretenções na superfície da cerâmica, promovendo imbricação maior entre o cimento resinoso e a superfície condicionada, sendo a penetração do cimento resinoso nos poros melhorada com a aplicação do silano.

A hipótese de que diferentes concentrações do ácido hidrofúorídrico não afetaria a resistência de união ao microcissalhamento não foi confirmada, fato demonstrado na Tabela 2 e Gráfico 1.

O condicionamento com ácido hidrofúorídrico da superfície da cerâmica à base de dissilicato de lítio promove a dissolução da matriz de vidro, resultando em rugosidades micrométricas onde os cristais de dissilicato de lítio ficam

expostos na matriz de vidro. Este fato resulta em irregularidades superficiais por onde o cimento resinoso penetra promovendo microretenção por imbricação na superfície tratada (Sálvio *et al.*, 2007). O silano tem a capacidade de promover melhor umedecimento da superfície (Rosen,1978), proporcionando maior contacto e conseqüente penetração do cimento resinoso nas irregularidades causadas pelo condicionamento ácido (Soderhom & Reetz, 1996). Este procedimento condicionador ácido também tem mostrado eficiente resultado em outros tipos de cerâmicas odontológicas (Roulet *et al.*,1995; Borges *et al.*, 2003; Sphor *et al.*, 2003; Sálvio *et al.*, 2007).

As falhas predominantes nas amostras analisadas neste estudo foram adesivas para todos os grupos (Tabela 4), resultado que não comprova os obtidos em estudos anteriores (Moharanzadeh *et al.*, 2008) e Fabianelli *et al.*, 2009), onde as falhas predominantes foram coesivas, provavelmente devido ao uso de adesivo associado aos procedimentos de cimentação.

O presente resultado indica que o tratamento da superfície com ácido hidrofluorídrico a 10% promoveu uma superfície com microretenções para estabelecer suficiente adesão entre o cimento resinoso e a superfície cerâmica de dissilicato de lítio. Este fato também foi observado em estudos anteriores, inclusive quando o tratamento da superfície foi com partículas de óxido de alumínio (Sphor *et al.*, 2003; Sálvio *et al.*, 2007) e nenhuma diferença estatisticamente significativa entre o tratamento com ácido hidrofluorídrico e o jateamento com óxido de alumínio foi observada na resistência de união entre a superfície cerâmica de dissilicato de lítio com o cimento resinoso (Panah *et al.*, 2008).

O meio bucal é agressivo para a maioria dos materiais restauradores. A presença de umidade e seus efeitos têm sido amplamente estudados, buscando desvendar a dinâmica da degradação dos materiais dentários (Göpferish, 1996; Drummond *et al.*, 2000; Sálvio *et al.*, 2003). A degradação de qualquer estrutura ou material foi definida por Göpferish (1996), quando o desarranjo químico e físico, proporcionado pela separação parcial ou completa de átomos ou moléculas que constituem esta estrutura, acarreta alteração significativa nas propriedades do

material. Baseado nesse fato, a termociclagem pode provocar alterações física e química no cimento resinoso, as quais seriam responsáveis pela diminuição da força de união (Appeldoorn *et al.*, 1993; Kamada *et al.*, 1998; Caldas, 2003; Sálvio, 2003; Blatz *et al.*, 2004).

Testes de alterações de temperatura simulam condições de degradação em meio aquoso, similar ao meio bucal. A resistência da cerâmica em meio aquoso é inferior à da cerâmica armazenada ao ar (Kern *et al.*, 1994; Roulet *et al.*, 1995). A umidade bucal está em contato com as superfícies externas da restauração de cerâmica e internamente através do fluxo da dentina vital e da infiltração marginal que se difundem através do cimento (Myerson, 1969; Morena *et al.*, 1986). A armazenagem da cerâmica fixada por diferentes cimentos odontológicos em água destilada pelo período de 6 meses não promoveu redução nos valores de resistência de união (Drummond *et al.*, 1991), a resistência à fadiga da cerâmica IPS Empress 2 não modificou após 1 ano de armazenagem em água destilada (Jin *et al.*, 2004) e a união cimento/porcelana após 1 ano de armazenagem manteve-se constante para as cerâmicas condicionadas com ácido hidrofluorídrico (Roulet *et al.*, 1995).

Neste estudo, os grupos condicionados com ácido hidrofluorídrico a 5% e a 10% submetidos à termociclagem resultaram em diferenças estatisticamente significantes e menores de resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso nas duas citadas concentrações, quando comparados aos grupos sem termociclagem. Este fato pode ser explicado pelo desenvolvimento de alterações de características dos materiais nas áreas de concentração de esforços sob carga constante (Wiskott *et al.*, 1995). Provavelmente, quando as amostras foram submetidas às variações de temperatura na termociclagem ocorreu propagação de pequenas fissuras na interface cerâmica-cimento resinoso, promovendo efeito significativo na redução da força de adesão. O efeito da termociclagem verificado neste estudo confirma os resultados encontrados em estudo anterior quando foi verificado que o tratamento da superfície condicionada com silano obteve

melhores resultados na resistência de união após a termociclagem, em relação aos grupos sem tratamento associado (Kamada *et al.*, 1998) .

O uso do silano na Odontologia tem sido bem sucedido, melhorando a resistência de união da cerâmica à resina composta. Acredita-se que os radicais livres reativos ligam-se quimicamente às moléculas da resina de Bis-GMA e TEGDMA, encontrados tanto no adesivo Excite, como no cimento resinoso Variolink II, e os grupos monovalentes hidrolisáveis unem-se quimicamente com o silício contido na matriz vítrea e na fase cristalina de dissilicato de lítio da cerâmica IPS Empress 2 (Lu *et al.*, 1992; Spohr *et al.*, 2003; Sálvio, 2003). Outro fator importante no aumento da união é a capacidade do silano em promover melhor umedecimento da superfície (Rosen, 1978), proporcionando maior contato e conseqüentemente infiltração dos materiais de fixação nas irregularidades causadas na superfície da cerâmica pelo condicionamento com o ácido fluorídrico ou jateamento com óxido de alumínio (Söderholm & Reetz, 1996; Spohr *et al.*, 2003). Assim, a cerâmica tem a resistência aumentada pelo melhor preenchimento das fissuras concentradoras de tensões e iniciadoras da fratura por indução de tensões por contração ocorrida na polimerização do cimento (Leevailoj *et al.*, 1998).

Considerando que o TEGDMA é um monômero hidrófilo, sua presença no cimento resinoso usado neste estudo pode ter contribuído para aumentar a absorção de água e afetar as propriedades mecânicas durante o teste de termociclagem.

Os resultados mostraram a eficiência do tratamento da superfície da cerâmica com ácido hidrófluorídrico a 10%, mesmo quando as amostras foram submetidas à termociclagem, resultando em significativo aumento da força de união entre cerâmica-cimento. Considerando que o estudo utilizou apenas um tipo de cimento resinoso, futuras investigações deveriam incluir outros materiais para verificar se o comportamento seria similar frente aos desafios da armazenagem em água e termociclagem.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os dados obtidos e com a análise estatística aplicada aos resultados, pode-se concluir que:

- 1 – A termociclagem diminuiu a resistência da união para ambos os tratamentos de superfície.
- 2 – O condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 10% mostrou maior média de resistência da união.
- 3 – As fraturas na interface cimento-cerâmica foram predominantemente adesivas.

REFERÊNCIAS*

- Abo-Hamar SE, Federlin M, Hiller KA, Friedl KH, Schmalz G. Effect of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin. *Dent Mater.* 2005; 21(9): 794-803.
- Anderson JC. *Materials science*. 4.ed. London: Chapman & Hall; 1990. 214p.
- Anusavice KJ. *Philips' science of dental materials*. 10.ed. Philadelphia: Saunders; 1996.
- Appeldoorn RE, Wilwerding TM, Barkmeier WW. Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems. *J Prosthet Dent.* 1993; 70(1): 6-11.
- Beschnidt SM, Strub JR. Evaluation of the marginal accuracy of different allceramic crown systems after simulation in the artificial mounth. *J Oral Rehabil.* 1999; 26(7): 582-93.
- 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, Spohr AM, De Goes MF, Correr-Sobrinho L, Chan DNC. Effect of etching particle abrasion in the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(5): 479-88.
- Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963; 66: 57-64.
- 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.
- Burke FJ, Qualtrough AJ, Hale RW. The dentine-bonded ceramic crown: an ideal restoration? *Br Dent J.* 1995; 179(2): 58-63.
- Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955; 34(6): 849-53.

¹ De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline

Caldas DBM. Avaliação da resistência a fratura e fadiga a seco e em água destilada de sistemas cerâmicos fixados com cimento [tese]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2003.

Callister WD Jr. Materials science and engineering: an introduction. New York: John Wiley & Sons; 2002. p.193-220.

Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. J Prosthet Dent. 2008; 100(3): 194-202.

Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. J Dent. 1998; 26(1):53-8.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. J Prosthet Dent. 2007; 98(5): 389-404.

Della Bona A. Ceramicas: desenvolvimento e tecnologia. RFO UPF. 1996; 1(1): 13-23.

Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Scharer P. Heat-pressed ceramics: technology and strength. Int J Prosthodont. 1992; 5(1): 9-16.

Drummond JL, Novickas D, Lenke JW. Physiological aging of an all-ceramic restorative material. Dent Mater. 1991; 7(2): 133-7.

Drummond JL, King TJ, Bapna MS, Koperski RD. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. Dent Mater. 2000; 16(3): 226-33.

Escribano N, la Macorra JC. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. J Adhes Dent. 2006; 8(5): 337-41.

Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M *et al.* The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. J. Dent. 2010; 38(1): 39-43.

Fonseca RG, Cruz CAS, Adabo GL. The influence of chemical activation on hardness of dual-curing resin cements. Braz Oral Res 2004; 18(3): 228-32.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non - pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res.* 1979; 58(4): 1364-70.

Gopferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials.* 1996; 17(2): 103-14.

Graif L, Piovan C, Vigolo P, Mason PN. Shear bond strenght between feldspathic CAD/CAM ceramic and human dentine for two adhesive cements. *J Prosthet Dent.* 2008, 17: 294-9.

Groten M, Pröbster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. *Int J Prosthodont.* 1997; 10(2): 169-76.

Jin J, Takahashi H, Iwasaki N, Aoyagi Y, Kaku M. Fatigue properties of heat-injectable ceramics after 1-year water storage [abstract 529]. *J Dent Res.* 2004.

Kamada K, Yoshida K, Atsuta M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. *J Prosthet Dent.* 1998; 79(5): 508-13.

Kern M, Fechtig T, Strub JR. Influence of water storage and thermal cycling on the fracture strength of all-porcelain, resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent.* 1994; 71(3): 251-6.

Leevailoj C, Platt JA, Cochran MA, Moore BK. In vitro study of fracture incidence and compressive fracture load of all-ceramic crowns cemented with resin-modified glass ionomer and other luting agents. *J Prosthet Dent.* 1998; 80(6): 699-707.

Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ, Alexander B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. *Aust Dent J.* 1992; 37(1): 12-9.

Luo XP, Silikas, Allaf M, Wilson NHF, Watts DC. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS-Empress 2TM dental ceramic. *Surf Sci.* 2001; 3(491): 388-94.

Madina MM, Ozcan M, Badawi MF. Effect of surface conditioning and taper angle on the retention of IPS e. max Press crowns. *J Prosthet Dent.* 2010; 19(3): 200-4.

Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspect on surface conditioning. *J. Oral Rehabil.* 2007; 34(8): 622-30.

McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J*. 1965; 119(6): 251-67.

Meyer Filho A, Souza CN. Desmistificando a cimentação adesiva de restaurações cerâmicas. *Clin Int J Bras Dent*. 2005; 1(1): 50-7.

Moharamzadeh K, Hooshmand T, Keshvad A, van Nort R. Fracture toughness of a ceramic-resin interface. *Dent Mat*. 2008; 24(2): 172-7.

Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res*. 1986; 65(7): 993-7.

Myerson RL. Effects of silane bonding of acrylic resins to porcelain on porcelain structure. *J Am Dent Assoc*. 1969; 78(1): 113-9.

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: 598-605.

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.

Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and Bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent*. 2010; 35(4): 420-7.

Newburg R, Pameijer CH. Composite resins bonded to porcelain with silane solution. *J Am Dent Assoc*. 1978; 96(2): 288-91.

Oilo G. Adaptation of luting cement to enamel, dentin and restorative material. *Acta Odontol Scand*. 1978; 36(6): 149-56.

Paffenbarger GC, Sweeney WT, Bowen RL. Bonding porcelain teeth to acrylic resin denture bases. *J Am Dent Assoc*. 1967; 74(5): 1018-23.

Panah FG, Rezai SM, Ahmadian L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. *J Prosthodont*. 2008; 17(5): 409-14.

Rosen MR. From treating solution to filler surface and beyond. *JCT*. 1978; 50(6): 70-82.

Roulet JF, Soderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995; 74(1): 381-7.

Sálvio LA. Influencia do tratamento de superfície e do tempo de armazenagem em água sobre a resistência à tração da união da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 e agente de cimentação [tese]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2003.

Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC, De Goes MF, Knowles JC. Effect of water storage and surface treatments in the tensile Bond strength of IPS Empress 2 Ceramic. *J Prosthodont.* 2007;16(3): 192-9.

Seghi RR, Sorensen JA. Flexural strength of six ceramic materials. *J Dent Res.* 1990; 69(Spec Issue); 299.

Shen C, Oh W, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004; 91: 453-8.

Sherril CA, O'brien WJ. Transverse strength of aluminous and feldspatic porcelain. *J Dent Res.* 1974; 53(8): 683-90.

Simonsen RJ, Calamia JR. Tensile bond strength of etched porcelain [abstract 1154]. *J Dent Res.* 1983; 62: 297.

Sherril CA, O'brien WJ. Transverse strength of aluminous and feldspatic porcelain. *J Dent Res* 1974; 53(8): 683-690.

Smyd ES. The role of torque, torsion and bending in prosthodontics failures. *J Prosthet Dent.* 1961; 11: 95-111.

Soderholm KJ, Reetz EA. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. *Gen Dent.* 1996; 44(4): 296-8.

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.

Torres SMP, Borges GA, Sphor AM, Cury AADB, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four al-ceramic systems. *Oper Dent.* 2009; 34(4): 399-407.

van Noort R, editor. *Introduction to dental materials.* Saint Louis: Mosby; 2002. p. 201-14.

White SN. Mechanical fatigue of a feldspathic dental procelain. Dent Mater. 1993; 9(4): 260-4.

Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. Int J Prosthodont. 1995; 8(2): 105-16.

Zandinejad AA, Atai M, Pahlevan A. The effect of ceramic and porous fillers on the mechanical properties of experimental dental composites. Dent Mat. 2006; 22: 382-7.