



Carla Harue Martins Arita

“Avaliação da união de cimentos à base de metacrilato à superfície da resina composta à base de silorano”

Piracicaba

2013



UNICAMP

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

Carla Harue Martins Arita

“Avaliação da união de cimentos à base de metacrilato à superfície da resina composta à base de silorano”

Orientador: Prof. Dr. Mario Fernando de Goes

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO
APRESENTADA À FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA
UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO
DE MESTRA EM MATERIAIS DENTÁRIOS.

Este exemplar corresponde à versão final da dissertação defendida pela aluna Carla Harue Martins Arita e orientada pelo Prof. Dr. Mario Fernando de Goes.

Assinatura do Orientador:

Piracicaba

2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Ar46a Arita, Carla Harue Martins, 1979-
Avaliação da união de cimentos à base de metacrilato à
superfície da resina composta à base de silorano / Carla Harue
Martins Arita. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: Mario Fernando de Góes.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cimentos dentários. I. Goes, Mario Fernando de, 1954- II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia
de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês:

Microtensile bond strenght of methacrylate-based materials to silorane-based
composite surface

Palavras-chave em Inglês:

Dental cements

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestra em Materiais Dentários

Banca examinadora:

Mario Fernando de Góes [Orientador]

César Augusto Galvão Arrais

Mirella Sanae Shinohara

Data da defesa: 25-02-2013

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 25 de Fevereiro de 2013, considerou a candidata CARLA HARUE MARTINS ARITA aprovada.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "M. F. de Goes".

Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Cesar Augusto Galvão Arrais".

Prof. Dr. CESAR AUGUSTO GALVÃO ARRAIS

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Mirela Sanae Shinohara".

Profa. Dra. MIRELA SANAE SHINOHARA

DEDICO ESTE ESTUDO

À Deus, por estar sempre presente em todos os momentos iluminando os caminhos.

Ao meu marido Gustavo e filho Rafael que de forma especial e carinhosa me apoiaram em todos os momentos. O apoio incondicional foi decisivo para ultrapassar os obstáculos.

Aos meus queridos pais, Gonçala e Hiromi, sem os quais não seria possível concretizar esta conquista profissional. Vocês sempre foram os meus exemplos de integridade e perseverança, sem esquecer os momentos de amor e carinho.

Aos meus queridos sogros, Lavínia e João Francisco, que me apoiaram nesta etapa da minha vida, e sempre me trataram de uma forma muito especial.

Às minhas irmãs, Carmem e Carina, que sempre estiveram do meu lado em todos os momentos.

Agradecimento especial

Ao meu orientador, professor Mario Fernando de Goes, pelos ensinamentos, pela oportunidade, carinho e pela paciência ao longo do caminho. A sua ajuda foi fundamental para o meu crescimento profissional.

Agradecimentos

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas em nome do diretor **Jacks Jorge Junior**.

Ao Prof. Dr. **Marcelo Giannini**, Professor Associado no Departamento de Odontologia Restauradora, Área de Dentística, Coordenador da Pós-Graduação de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas.

Aos professores da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, Prof. Dr. **Simonides Consani**, Prof. Dr. **Lourenço Correr Sobrinho**, Prof. Dr. **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti** e Profa. Dra. **Regina Maria Puppim Rontani** pelo apoio, respeito e dedicação.

Aos professores da banca do exame de qualificação **Caio Cezar Randi Ferraz**, **Flávio Henrique Baggio Aguiar** e **Vinícius Di Hipólito**.

Às amigas **Ailla**, **Adriana**, **Paula**, **Karla** e **Kiti** pela amizade, companhia e momentos inesquecíveis.

Aos colegas **Ricardo Vaz** e **Alberto Antunes** pelos ensinamentos e tempo que passamos juntos no laboratório.

Aos funcionários do laboratório de Materiais Dentários **Selma Aparecida Barbosa**, **Segalla** e **Marcos Blanco Cangiani** pela amizade.

Ao funcionário **Adriano L. Martins** pela ajuda com as microscopias e momentos de descontração.

Aos colegas **Vanessa, Lucas, Rafael, Ana Rosa, Hilka, Ian, Albert** por compartilharem os bons momentos.

À empresa **3M ESPE** pela doação dos materiais utilizados.

À **CAPES** pela concessão de bolsa de estudo que possibilitou a realização do curso de pós-graduação.

À todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste estudo.

MUITO OBRIGADA!!!

“Cada segundo é tempo para mudar tudo para sempre.”

Charles Chaplin

Resumo

O objetivo do estudo foi avaliar a união de cimentos à base de metacrilato à superfície de um compósito à base de silorano, com ou sem pré-tratamento de superfície, em teste de microtração. No total, 84 discos de resina à base de silorano (3mmX10mm) foram confeccionados, 42 discos tiveram a superfície tratada (ST) com jatos de óxido de alumínio (50 μ m) e os demais (42) não tiveram a ST. Os discos foram divididos em 6 grupos e foram cimentados aos pares (n=5) conforme descrição: G1 (SAM+CD)–discos sem ST com aplicação do sistema adesivo à base de metacrilato (SAM) e cimentados com cimento resinoso dual (CD); G2 (JSAM+CD)–discos com ST com aplicação do SAM e cimentados com CD; G3 (CA)-discos sem ST cimentados com cimento resinoso autoadesivo (CA); G4 (JCA)–discos com ST cimentados com CA; G5 (SAS+CD)-discos sem ST com aplicação do sistema adesivo da resina à base de silorano (SAS), foi feita a aplicação do adesivo hidrófobo seguido da aplicação do primer, e cimentação com CD; G6 (JSAS+CD)–discos com ST com aplicação do SAS e cimentados CD. Os conjuntos (disco/cimento/disco) foram armazenados em água deionizada por 24 horas. Os conjuntos foram seccionados para a obtenção de amostras em forma de palitos de (0,7 \pm 0,1mm). O teste de microtração (μ TBS) foi realizado à velocidade de 0,5mm/min até a fratura. Foram calculadas as médias, desvios-padrão e análise estatística ($\alpha=0,05$). Foram analisados os modos de fratura. Quatro discos, de cada grupo, foram tratados, cimentados aos pares e seccionados ao meio para análise da interface de união. As médias e desvios-padrão dos grupos foram: G1=0(0); G2=47,96(9,12); G3=50,37(8,63); G4=57,07(12,01); G5=70,74(9,18); G6=59,24(9,91). A média do G1 foi inferior e estatisticamente diferente dos demais grupos, que não apresentaram diferenças estatísticas entre eles ($p>0,05$). A união dos materiais à base de metacrilato à superfície da resina composta à base de silorano é influenciada pelo tratamento de superfície. Em contra partida, a união de materiais à base de metacrilato fosfatado parece não ser influenciada pelo tratamento de superfície.

Palavras chave: Resina composta à base de silorano, Cimentos odontológicos, Resistência de união.

Abstract

The aim of this in vitro study was the investigation of microtensile bond strength of low-shrinkage silorane-based composite discs (with or without pretreatment) cemented with methacrylate based-cements. In total, 84 discs of silorane-based composite (3mmX10mm) were fabricated, 42 were pretreated (PT) and 42 were not (sandblasting with oxide aluminium of 50µm) and cemented in pairs. They were divided in 6 groups (n=5) as described: G1 – no PT discs with methacrylate based adhesive applied (MA) and cemented with a methacrylate based dual cure cement (DC); G2 – PT discs with MA applied and cements with DC; G3 – no PT discs cemented with self-adhesive cement (SA); G4 – PT discs cemented with SA; G5 – no PT discs with the adhesive of silorane based composite (ASC) applied, in this group the bond was applied first followed by the primer, and cemented with DC; G6 – PT discs with ASC cemented with DC. After 24h of deionized water storage, the sets were serially sectioned into sticks ($0,7 \pm 0,1$ mm). The microtensile bond strength test (μ TBS) was performed at a crosshead speed of 0,5mm/min until failure. The means were calculated and statistically analyzed ($\alpha=0,05$). Modes of failure were also determined. Four discs, for each group, were PT, cemented in pairs and cut in half to interface analysis. The means and standard deviations for all groups were: G1=0(0); G2=47,96(9,12); G3=50,37(8,63); G4=57,07(12,01); G5=70,74(9,18); G6=59,24(9,91). The mean presented by group 1 was the lowest and statistically different comparing with the others, which did not differ statistically among each other ($p>0,05$). The μ TBS strength of methacrylated materials was significantly influenced by the surface pretreatment. On the other hand, the μ TBS strength of methacrylate materials with phosphate groups does not seem to be influenced by surface pretreatment.

Keywords: silorane based composite, dental cements and microtensile bond strength.

Sumário

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA	4
2.1. Resinas compostas utilizadas na Odontologia	4
2.1.1. Características gerais	4
2.1.2. Resinas compostas	4
2.1.3. Polimerização de resinas compostas	6
2.1.4. Contração de polimerização	7
2.1.5. Resina de baixa contração de polimerização	11
2.1.6. Tratamento de superfície de resinas compostas	16
2.2. Cimentos odontológicos.....	17
2.2.1. Cimentos resinosos	17
2.2.2. Cimentos resinosos autoadesivos	21
2.3. Ensaio mecânico para o teste de resistência de união	24
3. PROPOSIÇÃO	27
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	28
4.1. Materiais utilizados	28
4.2. Métodos.....	29
4.2.1. Confecção das amostras em resina composta à base de silorano	29
4.2.2. Tratamento superficial dos discos de resina composta à base de silorano	30
4.2.3. Preparo das amostras para o teste de microtração	31
4.2.4. Avaliação da resistência de união à microtração	39
4.2.4.1. Obtenção das amostras	39
4.2.4.2. Teste de microtração	40
4.2.4.3. Preparo das amostras para análise do padrão de fratura	41
4.2.5. Preparo das amostras para a análise da interface adesiva	41
5. RESULTADOS	43
5.1. Resistência de união à microtração	43
5.2. Análise do padrão de fratura por meio da microscopia eletrônica de varredura	46
5.3. Distribuição do padrão das fraturas	48
5.4. Caracterização micro-morfológica da interface de união através de microscopia eletrônica de varredura	53
6. DISCUSSÃO	59
7. CONCLUSÃO	67
REFERÊNCIAS.....	68
APÊNDICE.....	78

1. INTRODUÇÃO

Bowen, em 1962, sintetizou um monômero de alto peso molecular comumente conhecido como Bis-GMA. A síntese deste monômero somado à utilização de um monômero de baixo peso molecular bifuncional que une quimicamente a partícula de carga e matriz orgânica resultou no aumento das propriedades mecânicas (Bowen, 1963). A partir desta formulação diversas combinações foram feitas na tentativa de promover alguma melhoria. Foram desenvolvidos novos monômeros de alto peso molecular, como o Bis-EMA e UDMA e de baixo peso molecular, como o TEGDMA e EGDMA. A primeira formulação continha partículas de quartzo como matriz inorgânica, nas formulações subsequentes houve uma melhoria no processo de moagem (Anusavice, 2005). Em seguida as partículas de quartzo foram substituídas pelas partículas vítreas, adicionalmente, houve ainda a incorporação de partículas de sílica coloidal, evoluindo para as partículas de carga utilizadas atualmente, partículas de carga na escala nanométrica (Willems *et al.*, 1992).

Muitas melhorias foram conseguidas através da evolução das partículas de carga, entretanto, não houve uma redução significativa na contração de polimerização. A magnitude desta contração de polimerização, por sua vez, depende do volume de partículas de carga, da composição da matriz orgânica e do grau de conversão (Braga *et al.*, 2005). A contração é resultado da aproximação molecular decorrente do estabelecimento de ligações moleculares diretas e ligações cruzadas, presentes na matriz orgânica (Braga *et al.*, 2005). A contração de polimerização é inerente às resinas compostas e, quando esta, ocorre em uma situação de confinamento, gera tensões internas, como em um preparo cavitário em dentes posteriores. Estas tensões podem promover discontinuidade na união resultando, clinicamente, em sensibilidade pós-operatória, manchamento marginal, cárie recorrente, deflexão de cúspide ou fraturas e trincas nas paredes adjacentes (Causton *et al.*, 1985, McCulloch & Smith, 1986, Pearson & Hegarty, 1987 e Meredith & Setchell, 1997).

Tendo em vista que a contração de polimerização é um processo inerente à polimerização, a empresa 3M ESPE desenvolveu uma resina composta com matriz orgânica diferenciada especialmente desenvolvida para

dentes posteriores (Filtek P90). Esta resina tem um monômero sintetizado a partir da combinação de moléculas de oxirano e siloxano formando moléculas denominadas “silorano”. A polimerização destes monômeros passa por uma etapa na qual há a abertura do anel oxirano cicloalifático para o estabelecimento das ligações entre as cadeias para o estabelecimento do polímero (Weinmann *et al.*, 2005).

A contração de polimerização desta resina é reduzida significativamente em comparação às resinas à base de metacrilato, o que clinicamente, resulta em melhor adaptação às margens do preparo cavitário e menor deflexão de cúspides (Palin *et al.*, 2005, Bouillaguet *et al.*, 2006, Papadogiannis *et al.*, 2009 e Bogra *et al.*, 2012). O resultado é a geração de contração significativamente menor do que a encontrada nas resinas compostas à base de metacrilato.

Esta resina, especialmente desenvolvida para dentes posteriores, apresenta requisitos para tal situação clínica como alta resistência à abrasão, alta resistência à flexão, módulo de elasticidade compatível com as resinas utilizadas em dentes posteriores (Weinmann *et al.*, 2005, Yu *et al.*, 2009). Além disto, a resina P90 apresenta alta hidrofobia que resulta em menor acúmulo de placa, menor susceptibilidade ao manchamento e maior resistência à degradação em meio aquoso ácido (Weinmann *et al.*, 2005, Eick *et al.*, 2006, Furuse *et al.*, 2008, Bürgers *et al.*, 2009, Arocha *et al.*, 2012 e Bansal *et al.*, 2012).

Para garantir a união deste novo material ao substrato dental houve a necessidade de desenvolver um sistema adesivo exclusivo. Diferentemente da resina composta, o sistema adesivo não contém silorano em sua composição, tratando-se de um sistema adesivo à base de metacrilato composto por um *primer* autocondicionante e um adesivo hidrófobo. O *primer* faz a transição entre um substrato hidrófilo em uma camada hidrófoba capaz de selar a dentina. O adesivo hidrófobo é essencial para a união à resina composta e sua natureza hidrófoba impede a infiltração de fluídos (Pashley & Swift, 2008).

O desenvolvimento de novos materiais na odontologia suscita questionamentos quanto à interação química entre estes e os outros materiais

utilizados na rotina clínica. Alguns estudos foram feitos para entender a relação da resina à base de silorano e outros materiais utilizados para reparar uma restauração deficiente (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008, Lührs *et al.*, 2011, Giachetti *et al.*, 2012 e Mobarak & El-Deeb, 2012 Wiegand *et al.*, 2012). Algumas pesquisas mostram que reparos podem ser feitos com resina à base de metacrilato ou resina à base de silorano (Lührs *et al.*, 2011). Outros estudos mostram que a asperização da superfície pré-existente é importante e outros, ainda, mostram que a utilização de sistemas adesivos com grupamentos fosfatados resulta em valores de resistência de união similares aos valores de resistência coesiva da resina à base de silorano (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008, Lührs *et al.*, 2011, Maneenut *et al.*, 2011, Baur & Ilie, 2012 e Wiegand *et al.*, 2012).

Dentes posteriores com estrutura enfraquecida podem ser restaurados com resina composta, uma vez que, esta apresenta o módulo de elasticidade similar ao apresentado pela dentina. Alguns casos em que a estrutura remanescente está enfraquecida podem evoluir para procedimentos indiretos, e o profissional pode optar por não remover restaurações pré-existentes extensas e profundas. A utilização da resina à base de silorano em dentes posteriores pode gerar alguns questionamentos quanto à união a materiais utilizados para a cimentação de uma restauração indireta. Como há relatos na literatura, o foco do estudo foi entender a relação entre a superfície da resina à base de silorano e materiais utilizados para a cimentação de restaurações indiretas.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. Resinas compostas utilizadas na Odontologia

2.1.1. Características gerais

A resina composta ou compósito é uma mistura de dois (2) ou mais componentes quimicamente diferentes que, juntos, apresentam propriedades mecânicas e físicas diferentes às suas propriedades individuais. A resina composta apresenta basicamente: a matriz orgânica como componente quimicamente ativo, a matriz inorgânica composta por partículas de carga que reforçam a estrutura final e o agente de união que atua ligando a matriz orgânica à matriz inorgânica. A primeira formulação de um compósito data de 1962, quando Bowen ao invés de utilizar monômeros de cadeia curta como o metacrilato, sintetizou um monômero de cadeia longa multifuncional denominado Bis-GMA (Bowen, 1962). A adição de partículas de carga e a utilização de um monômero bifuncional e anfótero (organossilano) para unir matriz orgânica às partículas de carga reduziu a contração de polimerização, a sorção de água e a expansão térmica e ainda, aumentou o módulo de elasticidade e dureza de superfície (Bowen, 1963). A partir desta formulação muitas alterações foram feitas até se chegar nas formulações atuais.

2.1.2. Resinas compostas

As resinas para uso direto passaram por alterações tanto na matriz orgânica como na matriz inorgânica. O Bis-GMA ainda é um dos principais monômeros utilizado nas resinas compostas. Outros monômeros de alto peso molecular foram sintetizados, como o UDMA (Foster & Walker, 1974) e o Bis-EMA que apresentam menor viscosidade e formam cadeias poliméricas com maior flexibilidade do que o Bis-GMA (Peutzfeldt, 1997). Para permitir a incorporação de partículas de carga, monômeros de baixo peso molecular ou diluentes, como o TEGDMA e EGDMA foram desenvolvidos.

A adição de partículas de carga reduziu o conteúdo de matriz orgânica o que resultou em redução da contração de polimerização, do coeficiente de expansão térmico linear e da sorção de água, além de incorporar

radiopacidade e aumentar as propriedades mecânicas (Anusavice, 2005). As primeiras partículas de carga utilizadas foram as partículas de quartzo, que passavam por um processo de moagem para atingirem um tamanho médio de 15 micrometros e apresentavam como vantagens a elevada resistência à abrasão e índice de refração similar à estrutura dental. Os compósitos que apresentavam estas partículas grandes como partículas de carga receberam o nome de resinas compostas de macropartículas. O conteúdo destas partículas de carga variava de 60 a 65% em volume e devido à alta dureza das partículas de quartzo estas resinas apresentavam como desvantagem a alta rugosidade superficial e a baixa retenção de polimento (Willems *et al.*, 1992).

Um outro tipo de partícula de carga utilizada nas resinas compostas são as partículas de sílica coloidal. O tamanho médio das partículas é de 0,04 micrometros, porém, devido às cargas eletrostáticas na superfície destas partículas há a formação de aglomerados de 10 a 20 micrometros de tamanho médio. A associação das partículas de sílica coloidal, partículas vítreas de bário e matriz orgânica formam as resinas microparticuladas. O tamanho médio destas partículas de carga é de 0,6 micrometros e o conteúdo de 40 a 50% em volume (Van Noort, 1994). Para melhorar o manuseio, parte da resina compostas era pré-polimerizada, triturada em partículas de tamanho de 5 a 50 micrometros e adicionada ao compósito como partícula de carga (Anusavice, 2005). O baixo conteúdo de partículas de carga faz com estas resinas apresentem propriedades mecânicas relativamente inferiores, além disto, alto coeficiente de expansão térmico linear e alta susceptibilidade à sorção de água (Reis *et al.*, 2007). Assim, estas resinas compostas são indicadas para restaurações em locais com pouca solicitação de cargas mastigatórias.

A incorporação de partículas de sílica coloidal e partículas vítreas de bário, zircônio/sílica e alumínio/silicato à matriz orgânica resultou na formulação da resina híbrida. Esta resina apresenta aproximadamente 60% em volume de partículas de carga e tamanho médio de 0,6 micrometros. Suas características de resistência mecânica e polimento permitiram a utilização universal desta resina (Reis *et al.*, 2007).

Outra evolução nas resinas compostas foi a utilização de partículas na escala nanométrica, isto é, entre 0,1 e 100 nanometros. Estas novas partículas de carga permitiram a síntese de um compósito que apresenta propriedades

mecânicas similares às apresentadas pelas resinas híbridas, como resistência à compressão, resistência à flexão e resistência à tração diametral, e altas propriedades físicas, como retenção do polimento e morfologia da superfície após escovação (Mitra *et al.*, 2003).

2.1.3. Polimerização de resinas compostas

A polimerização de resinas compostas odontológicas ativadas por luz visível ocorre através de uma reação de adição de monômeros de alto e baixo peso molecular formando uma rede polimérica tridimensional através de ligações diretas e ligações cruzadas intermoleculares.

Nas resinas fotoativadas, a absorção de energia de uma fonte de luz visível com comprimento de onda de espectro entre 400 e 550nm e pico de 468nm gera uma excitação de uma molécula de canforoquinona que inicia o processo de polimerização. A canforoquinona em colisão aleatória com uma amina terciária gera um radical livre disponível para reagir com moléculas monoméricas. Este complexo ativado estimula a quebra de uma dupla ligação de carbono (C=C) e a formação de uma ligação covalente simples (C-C) com outro monômero formando uma cadeia polimérica (Tobolsky *et al.*, 1948 e Loshaek & Fox, 1953). A propagação da polimerização ocorre conforme as ligações vão sendo formadas e os monômeros adicionados em disposição linear ou em ligações cruzadas entre cadeias poliméricas formando uma estrutura tridimensional entrelaçada com uma progressiva redução da habilidade dos radicais em encontrar duplas ligações disponíveis. A diminuição da mobilidade da rede polimérica dificulta a exposição das duplas ligações do Bis-GMA, permitindo assim, que o TEGDMA atue tardiamente formando as ligações inter ou intramolecular (Andrzejewska, 2001, Sideridou *et al.*, 2002). Os monômeros são adicionados às cadeias poliméricas como unidades contendo duas ligações pendentes, sendo que uma delas se liga à cadeia polimérica e a outra pode se ligar a um novo monômero, a um monômero da própria cadeia (ligação intramolecular) ou a um monômero de outra cadeia polimérica (intermolecular) (Andrzejewska, 2001). Com a redução da mobilidade da rede polimérica, as ligações que não encontram grupamentos

próximos ficam presas na rede polimérica como grupamentos pendentes ou grupamentos não reagidos.

A polimerização de resinas compostas à base de metacrilato fotoativados apresenta conversão incompleta das duplas ligações de carbono deixando uma porção, significativa, de grupamentos metacrilatos não reagidos e não convertidos (Cook *et al.*, 1984). O grau de conversão de duplas ligações carbônicas interfere diretamente nas propriedades mecânicas, assim, quanto maior o grau de conversão, maiores serão as propriedades mecânicas do polímero formado. As resinas compostas comercialmente disponíveis apresentam grau de conversão entre 45 e 75%, e dependem da composição da matriz orgânica, das partículas de carga, do tipo de fotoiniciador e do protocolo de fotoativação (Peutzfeld & Asmussen, 2004). O grau de conversão é um dos fatores que interfere na contração de polimerização juntamente com a composição da matriz orgânica e conteúdo de partículas de carga (Braga *et al.*, 2005).

Inicialmente a resina composta apresenta-se fluida, os monômeros estão próximos através de forças de van der Waals com distância intermolecular de 0,4nm. A distância entre os monômeros, que inicialmente era de 0,4nm passa a ser de 0,15nm após a formação das ligações inônicas, o que resulta em contração volumétrica (Peutzfeldt, 1997).

2.1.4. Contração de polimerização

A contração de polimerização é a redução volumétrica resultante da aproximação dos monômeros que ocorre durante a polimerização. A magnitude da contração volumétrica depende do volume de partículas de carga, da composição da matriz orgânica e do grau de conversão (Braga *et al.*, 2005).

A matriz orgânica é o componente quimicamente ativo da resina composta e fatores como o peso molecular e a reatividade dos monômeros influenciam na contração de polimerização. Assim, monômeros com alto peso molecular apresentam menor contração de polimerização que monômeros de baixo peso molecular. Em relação a reatividade, monômeros mais reativos apresentam maior contração de polimerização e os de menor reatividade apresentam menor contração de polimerização.

O Bis-GMA está presente em grande parte dos compósitos utilizados clinicamente e caracteriza-se por uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono nas extremidades. Por ser uma cadeia longa de alto peso molecular apresenta baixa contração de polimerização e a presença dos anéis aromáticos no centro confere rigidez ao monômero (Peutzfeldt, 1997). A rigidez da cadeia do Bis-GMA afeta negativamente o grau de conversão (Ferracane & Greener, 1986) e a presença de dois grupamentos hidroxila gera maior viscosidade. Devido à alta viscosidade o Bis-GMA é utilizado com o TEGDMA, como diluente, por ser uma molécula linear, flexível e que possui ligações insaturadas de carbono nas extremidades. O TEGDMA atua também como agente de ligação cruzada aumentando o grau de conversão e melhorando as propriedades físicas da resina (Peutzfeldt, 1997). Porém, a adição excessiva de TEGDMA pode causar maior contração de polimerização e maior sorção de água (Peutzfeldt, 1997).

O Bis-EMA também chamado de Bis-GMA etoxilado é um monômero multifuncional análogo ao Bis-GMA com anéis benzênicos no centro da molécula. Diferentemente do Bis-GMA, o Bis-EMA apresenta um hidrogênio ao invés de um grupamento hidroxila (Siderou *et al.*, 2002). O grupamento hidroxila do Bis-GMA é responsável pela sorção de água, e pela alta viscosidade devido às pontes de hidrogênio formadas, o que dificulta a mobilidade e o deslizamento das cadeias (Stansbury & Dickens, 2001 e Siderou *et al.*, 2002).

Um outro monômero amplamente utilizado em resinas compostas é o UDMA, por apresentar peso molecular semelhante ao apresentado pelo Bis-GMA, porém, com menor viscosidade. Em compósitos, pode ser utilizado sem a adição de um diluente, tendo como resultado menor contração de polimerização. A ausência de anéis aromáticos na cadeia alifática promove flexibilidade aos monômeros (Asmussen & Peutzfeldt, 1998 e Sideridou *et al.*, 2002).

Quando o compósito não está unido, a contração volumétrica ocorre sem que haja formação de tensões já que estas são liberadas através do escoamento das cadeias poliméricas. Entretanto, clinicamente, as resinas compostas são aplicadas em cavidades e unidas às paredes circundantes, o que restringe o escoamento das cadeias poliméricas gerando tensões internas

que desafiam a resistência de união da interface adesiva. Clinicamente, estas falhas adesivas podem ser constatadas através de sensibilidade pós-operatória, manchamento marginal ou cárie recorrente. Outra consequência é a deflexão de cúspide, que pode ser percebida clinicamente pela hipersensibilidade, fraturas ou trincas nas paredes adjacentes (Causton *et al.*, 1985, McCulloch & Smith, 1986, Pearson & Hegarty, 1987 e Meredith & Setchell, 1997). Compósitos com reação de polimerização iniciada quimicamente, ou seja, através da reação química entre peróxido de benzoíla e amina terciária, apresentam menor tensão de contração. Neste caso, a reação de polimerização demora mais para ser completada, o que permite o escoamento das cadeias poliméricas e liberação das tensões. Em contrapartida, as resinas quimicamente ativadas apresentam menor grau de conversão o que compromete as propriedades mecânicas (Ferracane & Greener, 1986, Feilzer *et al.*, 1993 e Braga *et al.*, 2002).

O confinamento dos preparos cavitários não favorece o alívio das tensões geradas durante a polimerização, assim, Feilzer definiu como fator C (fator de configuração geométrica da cavidade) a relação entre paredes unidas e paredes livres (Feilzer *et al.*, 1993). Quanto maior o número de paredes livres menor será a tensão de contração gerada, uma vez que, as tensões são liberadas nas paredes livres. Para reduzir o efeito negativo do confinamento técnicas de aplicação de resina composta foram criadas, e a mais utilizada é a técnica por camadas ou técnica incremental (Ferrari & Garcia-Godoy, 2002 e Nikolaenko *et al.*, 2004). Nesta técnica, pequenas porções de resina compostas, não excedendo 2mm, são inseridas e fotoativadas unindo apenas 2 paredes do preparo cavitário. Esta técnica de aplicação por camadas apresenta, clinicamente, menor geração de tensões e maior integridade do selamento marginal (Versluis *et al.*, 1996, St Georges *et al.*, 2002 e Kuroe, *et al.*, 2003).

Na tentativa de reduzir a contração de polimerização, pesquisadores têm buscado alternativas envolvendo alterações na matriz orgânica e no protocolo de fotoativação. Diferentes protocolos de fotoativação têm sido propostos já que a irradiância afeta a geração de tensões e o grau de conversão (Feilzer *et al.*, 1995 e Silikas *et al.*, 2000).

Conforme mencionado anteriormente, resinas ativadas quimicamente apresentam maior liberação de tensões devido à menor velocidade de reação de polimerização. Na tentativa de retardar a polimerização e permitir o escoamento das cadeias poliméricas, diversos protocolos de fotoativação foram propostos (Uno & Asmussen, 1991). Os protocolos conhecidos, como de início lento, ativação progressiva e pulso tardio tem como premissa reduzir a irradiância no início da fotoativação, aumentando de forma gradual, até receber a mesma quantidade total de energia (densidade) que o protocolo contínuo de fotoativação. O conceito é bastante interessante, porém, para que houvesse uma redução significativa na tensão de contração seria necessário fotoativar com baixa intensidade de luz por períodos demasiadamente prolongados, o que seria impraticável clinicamente (Braga *et al.*, 2005). Além disto, estas formas de fotoativação geram polímeros mais susceptíveis à degradação pelo etanol, provavelmente pela formação de cadeias mais longas e com menor quantidade de ligações cruzadas (Asmussen & Peutzfeldt, 2001 e Asmussen & Peutzfeldt, 2003).

Uma outra estratégia estudada foi a aplicação de uma camada de resina de baixa viscosidade no fundo da cavidade do preparo cavitário. A resina de baixa viscosidade apresenta módulo de elasticidade inferior ao das resinas compostas convencionais, e quando aplicada no fundo da cavidade, seria capaz de absorver as tensões geradas. Quando um material de maior módulo de elasticidade é aplicado sobre um material com menor módulo de elasticidade, este segundo atua como uma camada elástica absorvendo as tensões na interface dente-restauração observadas clinicamente pela redução na deflexão de cúspides (Alomari *et al.*, 2001 e Cara *et al.*, 2007). Porém, há uma grande diversidade de resinas compostas no mercado, com diferentes características de contração e módulo de elasticidade. A aplicação de materiais diferentes pode prejudicar o desempenho clínico quando comparada à aplicação de uma única resina (Schneider *et al.*, 2010). Além disto, a tensão de contração apresentada pelas resinas de baixa viscosidade é similar a apresentada pelas resinas convencionais, inviabilizando sua utilização para manter a integridade marginal e reduzir a tensão de contração (Cadenaro *et al.*, 2009).

A contração de polimerização é inerente a materiais resinosos à base de dimetacrilatos, assim, uma alternativa para contornar a contração de polimerização e a geração de tensões foi o desenvolvimento de novos monômeros.

2.1.5. Resina de baixa contração de polimerização

Tendo em vista que os monômeros utilizados na odontologia apresentam contração de polimerização devido à sua polimerização por radicais livres, outras formulações à base de resina epóxica foram estudadas. Uma formulação bem sucedida apresenta a polimerização das cadeias através da abertura de anéis benzênicos de monômeros de silorano (Guggenberger & Weinmann, 2000). Como consequência, a contração de polimerização da resina à base de silorano é inferior à contração de resinas à base de metacrilato.

A resina à base de silorano foi sintetizada, em 2005, por Weinmann *et al.* e recebeu o nome comercial de Filtek P90, sua matriz orgânica recebeu o nome de silorano baseado na combinação dos grupos químicos que dão origem a nova matriz orgânica: os Siloxanos e os Oxiranos (perfil técnico do produto -3M ESPE Filtek LS). O polímero da resina à base de silorano é formado por um processo diferente do apresentado pelas resinas à base de metacrilato. O processo de polimerização ocorre através da abertura catiônica dos anéis oxiranos cicloalifáticos que resultam em baixa contração de polimerização e baixa tensão. A polimerização catiônica se inicia por um processo de geração de um cátion ácido que quebra uma ligação no anel oxirano causando a abertura do anel e um novo centro ácido denominado carbocátion. Diferentemente dos metacrilatos que polimerizam por intermediários radicais os compósitos à base de silorano polimerizam por intermediários catiônicos. Os intermediários radicais da reação de polimerização dos metacrilatos são a canforoquinona, que atua como fotoiniciador, e a amina terciária, responsável pela transferência do hidrogênio. Já o sistema de iniciação do compósito à base de silorano é composto por três componentes, a canforoquinona, um sal iodônio e um doador de elétrons.

A canforoquinona foi escolhida para permitir a utilização de aparelhos fotoiniciadores comercialmente disponíveis. O doador de elétrons atua em um

processo redox decompondo o sal iodônio em um cátion ácido que inicia o processo de polimerização por abertura de anéis. Este sistema composto por três componentes gera alta reatividade na reação de polimerização e alta estabilidade à luz ambiente, que foi observada como maior do que 10 minutos. O compósito apresenta partículas finas de quartzo, com distribuição média inferior a 0,5µm, como partículas de carga, para boa estética e resistência mecânica. O processo de silanização das partículas de carga é similar ao dos compósitos de metacrilato, tendo como diferencial a adição de uma terminação epóxi ao silano utilizado para garantir maior resistência mecânica do compósito pela união das partículas de carga à matriz orgânica. A camada formada pelo silano atua, ainda, prevenindo uma indesejável iniciação da polimerização pelo ataque ácido dos grupamentos das partículas de quartzo. Diferentemente das resinas à base de metacrilato a resina à base de silorano não apresenta camada com a polimerização inibida pela presença de oxigênio, por isso, houve uma preocupação quanto a união de incrementos subsequentes realizados clinicamente em restaurações extensas. Entretanto, a união entre incrementos subsequentes não foi diferente da união de incrementos subsequentes de resina composta à base de metacrilato (Shawkat *et al.*, 2009).

Devido à matriz orgânica ser completamente diferente houve a necessidade de desenvolver um sistema adesivo exclusivo. O sistema adesivo à base de metacrilato consiste de um *primer* autocondicionante e um adesivo hidrófobo. O *primer* autocondicionante é aplicado no substrato recém-preparado com aplicação ativa, seguido de leve jato de ar para remoção do solvente e fotoativação. Sua acidez é suficiente para deslocar os *smear plugs* e desmineralizar a superfície dentinária em 1 a 1,5 micrometros. O *primer* faz a transição de uma camada rica em colágeno e hidrófila em uma camada hidrófoba capaz de selar a dentina (Pashley & Swift, 2008). O *primer* da resina P90 apresenta alto grau de conversão (90%) tanto na camada híbrida quanto na camada do *primer*, o que confirma a apropriada polimerização da camada de adesivo. Este resultado é altamente favorável para a formação de uma interface adesiva estável com grande longevidade (Navarra *et al.*, 2009). Já o adesivo hidrófobo é aplicado sobre o *primer* seguido de leve jato de ar para reduzir a espessura de película e fotoativação. Esta camada espessa de monômeros hidrófobos é essencial para se unir à resina de silorano e sua

natureza hidrófoba é evidenciada pela ausência de difusão de prata e infiltração de rodamina, além disto, o padrão de nanoinfiltração se assemelha aos padrões apresentados pelos adesivos hidrófobos sem solvente como o Optibond Solo FL e Scotchbond Multi Purpose (Pashley & Swift, 2008 e Sauro *et al.*, 2008).

A contração de polimerização foi um dos primeiros parâmetros estudados e os valores obtidos para a contração de polimerização da resina à base de silorano foi de 0,94% para o teste de discos aderidos e de 0,99% para o método de Arquimedes, valor inferior ao obtido para resinas compostas à base de metacrilato (Weinmann *et al.*, 2005). A abertura de anéis benzênicos compensam parcial ou totalmente a contração de polimerização gerada pela aproximação molecular das resinas à base de metacrilato (Guggenberger & Weinmann, 2000, Eick *et al.*, 2002 e Eick *et al.*, 2007).

Os efeitos deletérios causados pela contração de polimerização e a consequente geração de tensão comprometem a união da interface dente/restauração o que favorece o aparecimento de falhas mecânicas, entrada de bactérias, irritação pulpar, trincas de esmalte, fratura de esmalte e deflexão de cúspides. A resina de baixa contração de polimerização foi comparada a outras resinas compostas quanto à deflexão de cúspides, e se mostrou menos capaz de defletir cúspides, sendo assim, uma vantagem clínica por apresentar maior longevidade clínica (Bouillaguet *et al.*, 2006). Outro fator intimamente relacionado à contração de polimerização é a adaptação marginal do material restaurador, assim, materiais que apresentam menor contração de polimerização tendem a apresentar melhor adaptação marginal. Desta forma, a resina de baixa contração apresenta não só menor contração de polimerização, mas, também melhor adaptação marginal quando comparado às resinas convencionais (Papadogiannis *et al.*, 2009 e Bogra *et al.*, 2012).

O componente siloxano confere a natureza hidrófoba à molécula, o que resulta em maior resistência ao manchamento, menor adesão bacteriana e menor degradação em meio aquoso ácido simulando a degradação enzimática promovida pelos ácidos gástricos (Weinmann *et al.*, 2005, Eick *et al.*, 2006 e Arocha *et al.*, 2012). Esta hidrofobia está relacionada à resistência ao manchamento da resina de silorano, alta estabilidade em meio aquoso, baixa solubilidade, com pouca alteração na rugosidade superficial em bebidas à base

de cola e bebidas alcoólicas como o Whisky (Furuse *et al.*, 2008 e Bansal *et al.* 2012). A hidrofobia foi responsável pela baixa adesão bacteriana na superfície das resinas de silorano, reduzindo a susceptibilidade à cárie em dentes posteriores (Bürgers *et al.*, 2009).

A resistência mecânica foi avaliada através dos testes de estabilidade a luz ambiente, resistência à compressão, resistência à flexão, e módulo de elasticidade, seguindo os requisitos da Norma ISO 4049. O compósito de silorano apresentou resistência mecânica comparável aos compósitos de metacrilato (Weinmann *et al.*, 2005). A profundidade de polimerização da resina de silorano foi semelhante à apresentada por resinas indicadas para dentes posteriores à base de metacrilato (Poggio *et al.*, 2012).

A resistência à abrasão do silorano frente à escovação e à degradação do ácido cítrico foi comparável à das resinas compostas à base de metacrilato e foi superior ao apresentado pelo esmalte, cimentos de ionômero de vidro e compômero (Yu *et al.*, 2009). Outra característica relacionada à superfície avaliada foi a dureza Knoop da resina à base de silorano, que apresentou valor superior ao apresentado por uma resina à base de metacrilato. (Guiraldo *et al.*, 2010).

A matriz orgânica da resina à base de silorano difere das resinas à base de metacrilato em diversos aspectos, um dele é a ausência da formação de uma camada cuja polimerização é inibida pela presença de oxigênio. Isso faz com que alguns questionamentos sejam gerados com relação à união de incrementos sucessivos utilizados para a confecção de uma restauração. Nesta caso, a união de duas camadas sucessivas de resina composta colocadas pela técnica incremental vai depender somente da reatividade da resina composta à base de silorano. Alguns autores acreditam que esta união pudesse ser inferior à apresentada pelas resinas à base de metacrilato, porém, esta diferença não pôde ser observada, os valores apresentados por camadas sucessivas aplicadas sem intervalo de tempo apresentam valores aceitáveis (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008 e Wiegand *et al.*, 2012). Entretanto, esta reatividade decaiu com o passar do tempo, conforme constatado pela redução dos valores de união e aumento na incidência de fraturas adesivas entre os incrementos. Quanto maior o tempo de espera para aplicar e fotoativar os

incrementos sucessivos de resina, menor são os valores de resistência de união encontrados (Burtscher,1993 e Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008).

A união da resina à base de silorano à superfície da resina à base de metacrilato foi outro questionamento investigado na literatura, uma vez que, o dentista pode não saber qual foi o material restaurador utilizado em uma restauração pré-existente. Este foi o foco de algumas investigações, que mostram baixos resultados de resistência de união entre estes dois materiais, quando estes são aplicados diretamente um sobre o outro (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008, Giachetti *et al.*, 2012 e Mobarak & El-Deeb, 2012). Outros pesquisadores mostram que para reparar a resina à base de silorano que passou por um processo de envelhecimento artificial é necessário asperizar a superfície e aplicar um sistema adesivo adequado (Wiegand *et al.*, 2012). Alguns estudos têm mostrado melhores valores de resistência de união entre resina à base de metacrilato e silorano quando são utilizados monômeros fosfatados, presentes em sistemas adesivos utilizados como camada intermediária (Domingos *et al.*, 2003, Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008, Maneenut *et al.*, 2011 e Baur & Ilie, 2012).

A asperização é importante em casos de reparo da resina à base de silorano. A associação entre a asperização e a aplicação de um sistema adesivo autocondicionante apresenta valores similares aos encontrados para a resistência coesiva da resina à base de silorano (Lührs *et al.*, 2011 e Palasuk *et al.*, 2012). Assim, os passos para a reparação feitos para uma resina à base de metacrilato podem ser repetidos para os casos de reparos das restaurações feitas em resina à base de silorano (Lührs *et al.*, 2011). Em situações de reparo, o desempenho de uma resina nova à base de silorano aplicada sobre uma resina envelhecida de silorano apresenta desempenho similar ao apresentado por uma resina nova à base de metacrilato aplicado sobre uma resina envelhecida de metacrilato (Giachetti *et al.*, 2012).

Além dos estudos de laboratório, os estudos clínicos são essenciais no entendimento completo da relação entre as resinas à base de metacrilato e de silorano. Assim, um estudo de acompanhamento clínico de 1 ano avaliando reparos feitos com resina à base de silorano em restauração preexistentes em resina à base de metacrilato observou que não houve diferença entre as restaurações reparadas com resina à base de silorano e as restaurações

reparadas com resina à base de metacrilato. Os parâmetros avaliados após 1 ano de acompanhamento foram: adaptação marginal, forma anatômica, descoloração de margem, rugosidade superficial, sensibilidade pós-operatória e recidiva de cárie (Popoff *et al.*, 2012).

2.1.6. Tratamento de superfície de resinas compostas

Restaurações extensas e próximas à polpa podem ser reparadas com o intuito de evitar a remoção de tecido dental sadio e aumentar a longevidade das mesmas (Rochette, 1973, Swift *et al.*, 1992 e Shortall *et al.*, 1996). Restaurações preexistentes apresentam baixa reatividade e incorporação de água devido ao envelhecimento (Vanckerckoven *et al.*, 1983, Tezvergil *et al.*, 2003 e Padipatvuthikul & Mair, 2007). Neste caso, o ideal é associar a aplicação de nova resina a um tratamento de superfície, sendo os mais bem sucedidos: asperização com broca diamantada ou com jatos de óxido de alumínio (jateamento), aplicação de silano e aplicação de sistema adesivo (Yesilyurt *et al.*, 2009).

No caso de reparo de restaurações preexistentes, acredita-se que a união do novo material ao anteriormente aplicado ocorre através de 3 mecanismos: união química à matriz orgânica do material preexistente, união química às partículas de carga expostas na superfície e união micromecânica do novo material às irregularidades da superfície do material preexistente (Tezvergil *et al.*, 2003).

Muitos estudos têm mostrado que a micro retenção criada na superfície pela asperização é o fator mais importante para garantir a união do novo material ao anteriormente aplicado (Söderholm & Roberts, 1991, Brosh *et al.*, 1997, Frankenberger *et al.*, 2003 e Bonstein *et al.*, 2005). A asperização com brocas diamantadas resulta na criação de menos micro retenções do que a asperização com jatos de óxido de alumínio, assim as superfícies tratadas com jatos de óxido de alumínio tendem a apresentar maiores valores de resistência de união. Além disto, o tratamento com partículas de óxido de alumínio resulta em superfícies mais homogêneas e com irregularidades mais profundas quando comparado à asperização com brocas diamantadas (Rathke *et al.*, 2009 e Rodrigues *et al.*, 2009). Adicionalmente, o efeito da asperização da

superfície depende da microestrutura, da dureza da superfície e da composição da resina composta utilizada (Jefferies, 1998 e Rodrigues *et al.*, 2009)

Tendo em vista os resultados encontrados para os tratamentos de superfície utilizados na rotina clínica, o tratamento com jatos de partículas de óxido de alumínio apresenta maiores valores de resistência de união (Rodrigues *et al.*, 2009 e Costa *et al.*, 2010).

2.2. Cimentos Odontológicos

Os cimentos odontológicos são utilizados para fixar peças protéticas e ocupar o espaço existente entre restauração indireta e substrato dental. No início dos anos 80 os cimentos à base de água (cimento de poliacrilato, cimento de fosfato de zinco e cimento de ionômero de vidro) eram os mais utilizados para a cimentação de peças indiretas. Este tipo de cimento fixa as peças indiretas através de retenção mecânica, isto é, o embricamento do cimento nas irregularidades superficiais garante a longevidade das peças indiretas.

Com a busca por maior naturalidade e estética, peças em cerâmica e resinas compostas passaram a ser mais atrativas. Quando as restaurações indiretas estéticas foram cimentadas com cimentos à base de água foi observado que a retenção mecânica não era suficiente para manter a longevidade destas peças indiretas. Além disto, tais cimentos apresentavam alta solubilidade e abrasão, baixa resistência à flexão e falta de estética, o que contraindicou a sua utilização na cimentação de peças estéticas (Krämer *et al.*, 2000).

2.2.1. Cimentos resinosos

A cimentação de coroas totais estéticas, inlays, onlays, facetas e próteses fixas utilizando cimentos resinosos é amplamente empregada na rotina clínica. A combinação de sistemas adesivos e cimentos resinosos é foco de muitos estudos devido à sua alta confiabilidade e desempenho. Esta combinação tem a habilidade de se unir ao substrato e à peça indireta reforçando-as e reduzindo a microinfiltração na interface entre dente e peça

indireta, sensibilidade pós-operatória, manchamento marginal e cárie secundárias (Dietschi et al., 1990, Burke & Watts, 1994; Manhart *et al.*, 2000, Mitchell *et al.*, 2000 e Peumans *et al.*, 2000). Além disto, a retenção de peças indiretas cimentadas com cimentos resinosos é superior à apresentada por cimentos convencionais (Michelini *et al.*, 1995).

A cimentação adesiva é de extrema importância para garantir a longevidade das restaurações indiretas, pois além da tensão da polimerização o cimento é requisitado também pelas tensões geradas pela mastigação (Ausiello *et al.*, 2004).

A cimentação, utilizando cimento resinoso e sistema adesivo, tem como vantagens: adesão elevada e durável entre os substratos envolvidos, boa estética, criação de uma interface passível de polimento, aumento da resistência à flexão de peças indiretas cerâmicas, estabilização das cúspides (Rosenstiel *et al.*, 1998, Burke *et al.*, 2002 e Hill & Lott, 2011).

O cimento resinoso foi desenvolvido nos anos 50, porém, a falta de união ao substrato, a alta contração de polimerização, o potencial citotóxico e a alta taxa de microinfiltração retardaram a ampla utilização (Phillips, 1987). O aperfeiçoamento na composição das resinas compostas dos anos 60 somado à evolução do conceito do ataque ácido do substrato dental dos anos 70 resultaram no crescente interesse por cimentos resinosos (Van Meerbeek *et al.*, 2001).

A sua composição é bastante semelhante à composição das resinas compostas uma vez que o cimento resinoso é uma resina composta de baixa viscosidade. Os principais componentes da matriz orgânica são os monômeros de alto peso molecular, como o Bis-GMA, TEGDMA ou UDMA, e da matriz inorgânica são as partículas de carga (de vidro e/ou sílica) silanizadas. Da mesma forma que nas resinas compostas, há diferenças entre cimentos de diferentes fabricantes podendo estas serem no conteúdo, tamanho e forma das partículas inorgânicas, e diferentes combinações de monômeros na matriz orgânica. (Krämer *et al.*, 2000). Para a redução na fluidez da resina composta foi necessário reduzir o conteúdo de partículas de carga, utilizar partículas de carga de menor tamanho e alterar a matriz orgânica utilizando monômeros de menor peso molecular. A baixa viscosidade dos cimentos resinosos é essencial para garantir o molhamento das superfícies envolvidas, o que

consequentemente influencia na resistência de união entre estas (Krämer *et al.*, 2000).

Para garantir a polimerização nas áreas em que há a ausência de luz, foi desenvolvida uma estratégia de polimerização diferente da utilizada em resinas compostas. Além disto, algumas situações clínicas requerem características específicas como: a cimentação de pinos endodônticos que requer um cimento que polimerize na ausência de luz, ou mesmo uma cimentação de facetas laminadas que requer um cimento com alta estabilidade de cor (Pegoraro *et al.*, 2007 e Hill & Lott, 2011). Assim, há cimentos resinosos com sistema de iniciação ativado somente pela luz, outros com dupla polimerização (reação iniciada quimicamente e pela luz) e outros, com sistema de iniciação ativado através de uma reação química (Lambrechts *et al.*, 1990).

Os cimentos resinosos com reação de polimerização iniciada somente pela luz apresenta o mesmo mecanismo de polimerização das resinas compostas fotoativadas. A absorção da luz visível em um espectro de 470nm ativa a canforoquinona presente na matriz orgânica, que passa a um estado de excitação molecular, e em contato com a amina terciária alifática gera radicais livres responsáveis por iniciar a reação de polimerização. Já os cimentos resinosos com iniciação química têm sua reação iniciada a partir da mistura das duas pastas, em que a amina terciária entra em contato com o peróxido de benzoíla gerando radicais livres (Cook, 1992). Os cimentos duais apresentam as duas estratégias citadas acima para promover a polimerização e esta combinação resulta em melhores propriedades mecânicas e físicas (Attar *et al.*, 2003).

Para a alta confiabilidade da união de cimentos resinosos é necessário utilizá-los juntamente com um sistema adesivo, podendo ser um sistema adesivo de condicionamento total ou autocondicionante. Além disto, restaurações indiretas cerâmicas devem ser silanizadas de acordo com a recomendação do fabricante para que haja um aumento na resistência à flexão e resistência à fratura (Rosenstiel *et al.*, 1998, Krämer *et al.*, 2000 e Hill & Lott, 2011). O condicionamento de superfícies cerâmicas e asperização de superfícies em resina causam o aumento da superfície de contato. Em adição, a aplicação de silano na superfície das restaurações indiretas promove a união química da fase inorgânica à fase orgânica dos cimentos resinosos, uma vez

que a molécula do silano é uma molécula bifuncional. Esta união, quando, bem estabelecida reduz a hidrólise em ambiente intraoral (Diaz-Arnold & Aquilino, 1989 e Stokes & Hood, 1989). Além das restaurações indiretas feitas em cerâmica e resina, o cimento resinoso apresenta bom desempenho unindo peças metálicas e cerâmicas não condicionáveis através de retenções micromecânicas. Quando se faz uso de sistemas adesivos autocondicionantes, os monômeros fosfatados se unem quimicamente aos óxidos metálicos presentes na superfície (Watanabe *et al.*, 1988 e Aquilino *et al.*, 1991).

A união de sistemas adesivos ao substrato dental é amplamente estudado e sedimentado na odontologia. A união ao esmalte se baseia no condicionamento com ácido fosfórico entre 30 e 40% para criar irregularidades e aumentar a superfície de contato, além de aumentar a energia de superfície de tal substrato. O sistema adesivo preenche estas irregularidades resultando em uma união estável e longeva para restaurações indiretas (Krämer *et al.*, 2000). A polimerização de sistemas adesivos em esmalte forma uma camada que tem a polimerização inibida pela presença de oxigênio, assim os monômeros pendentes desta camada se unem aos monômeros presentes no cimento promovendo uma situação clínica ideal. A resistência de união em esmalte supera a resistência coesiva do esmalte, assim, estudos realizados mostram fraturas coesivas em esmalte clinicamente observadas pelas microtrincas no esmalte próximo à restauração (Munehika *et al.*, 1984).

A união à dentina é menos previsível, tendo em vista a complexidade do substrato. A união é conseguida através da infiltração de monômeros resinosos nas irregularidades, criando o embricamento micromecânico da dentina parcialmente desmineralizada e formando uma área denominada “camada híbrida” (Nakabayashi *et al.*, 1982). Na técnica de condicionamento total, o ácido fosfórico desmineraliza entre 2 e 5 micrometros expondo fibrilas colágenas, removendo a lama dentinária e aumentando o diâmetro superficial dos túbulos dentinários. Os túbulos dentinários com diâmetro aumentado permitem a penetração de monômeros resinosos, que após a polimerização, resultam em aumento na retenção. Esta região é entremeada por monômeros hidrófilos e hidrófobos, que polimerizados, formam união micromecânica. Na técnica autocondicionante, o condicionamento da dentina ocorre simultaneamente à penetração das irregularidades criadas através da atuação

de monômeros ácidos, formando uma camada híbrida menos espessa porém mais homogênea (Diaz-Arnold *et al.*, 1999).

Uma vantagem clínica dos cimentos resinosos é a baixa solubilidade nos fluidos orais, isso faz com que peças cerâmicas de alta resistência como as confeccionadas em alumina ou zircônia tenham a indicação de cimentação com cimento resinoso. Peças cerâmicas estéticas podem apresentar menor adaptação marginal devido ao número de ciclos de sinterização realizados, assim, a cimentação com cimento resinoso é indicada também devido à baixa solubilidade, além da estética e altas propriedades mecânicas (Hill & Lott, 2011).

A capacidade de se unir a diferentes substratos, a alta resistência mecânica, a baixa solubilidade em fluidos orais, e a estética dos cimentos resinosos convertem para uma ampla versatilidade na utilização clínica. Porém, a dificuldade de remoção de excessos, o fato de apresentar múltiplos passos clínicos e a sensibilidade técnica são algumas barreiras encontradas (Hill, 2007).

2.2.2. Cimentos resinosos autoadesivos

Clinicamente, a sensibilidade técnica e os múltiplos passos de aplicação dos cimentos resinosos podem interferir negativamente na resistência de união de cimentos resinosos (Mak *et al.*, 2002). Buscando a simplificação na aplicação clínica a empresa 3M ESPE lançou um cimento autoadesivo chamado RelyX Unicem. Este cimento resinoso autoadesivo foi sintetizado a partir de um novo monômero e uma nova tecnologia de sistema de iniciação. O fabricante relata que a matriz orgânica consiste de um novo metacrilato fosfatado ácido multifuncional, que pode reagir com as partículas de carga da matriz inorgânica e com a hidroxiapatita do substrato dental (Hikita *et al.*, 2007). O conceito do cimento resinoso autoadesivo é conciliar a facilidade de manipulação de um cimento convencional às propriedades mecânicas, estética e adesão de um cimento resinoso. Este cimento autoadesivo é inovador pois não utiliza componentes anteriormente conhecidos, e é resultado do desenvolvimento de um novo monômero, novas partículas de carga e nova tecnologia de iniciação da reação de polimerização (perfil técnico do produto - 3M ESPE RelyX Unicem).

O RelyX Unicem foi lançado no mercado em 2002 e inaugurou uma nova categoria de cimentos odontológicos. Outros cimentos autoadesivos foram comercializados como o Maxcem (Kerr), BisCem (Bisco) e Bifix (VOCO), porém estes foram descontinuados, assim, atualmente somente o RelyX Unicem continua sendo comercializado.

O cimento é composto por partículas de carga de flúor-alumínio-silicato parte silanizada e parte não silanizada, assim, a parte silanizada permanece unida quimicamente à matriz orgânica enquanto a outra atua ativamente na reação de neutralização do baixo pH inicial. Outro componente é o hidróxido de cálcio que além do potencial antimicrobiano e de estimular a remineralização atua na rápida neutralização da reação de presa. A matriz orgânica é composta por monômeros fosfatados com pelo menos 2 ligações insaturadas de carbono, dimetacrilatos, acetatos, estabilizadores e iniciadores (perfil técnico 3M ESPE, Gerth *et al.*, 2006 e Ferracane *et al.*, 2010).

Os monômeros com grupamentos fosfatados se unem quimicamente ao cálcio presente no substrato dental e nas partículas de carga através de ligações iônicas (Piwowarczyk *et al.*, 2005, Walter *et al.*, 2005 e Gerth *et al.*, 2006). Logo após a mistura, o baixo pH causa leve desmineralização superficial do substrato recoberto por lama dentinária (Van Meerbeek *et al.*, 2003 e De Munck *et al.*, 2004). Este também é responsável pela reação de neutralização e dissolução superficial das partículas de carga não silanizadas com subsequente liberação de íons sódio, cálcio, silicato e flúor que podem atuar na reação de polimerização ou serem liberados no meio intraoral (Ferracane *et al.*, 2010). Um dos subprodutos da reação é a água, que contribui para o aumento do pH através da liberação de íons das partículas não silanizadas. Concomitantemente à reação de presa ocorre a reação de polimerização por oxi-redução dos monômeros fosfatados iniciada por luz e/ou reação química (dupla polimerização ou dual). A fotoiniciação do cimento é altamente favorável à obtenção de conversão de duplas ligações de carbono de 50 a 75% (Gerth *et al.*, 2006).

Uma característica marcante deste cimento é a conversão de um cimento hidrófilo no início da reação a baixo pH, o que favorece o umedecimento do substrato dental, para um cimento hidrófobo após a completa

reação de presa/polimerização, propiciando a baixa solubilidade, baixa expansão e alta estabilidade a longo prazo (Ferracane *et al.*, 2010).

O cimento RelyX Unicem é disposto em cápsulas nas quais há compartimentos separados para o pó e o líquido, que no momento da utilização são colocados em contato e manipulados mecanicamente por um equipamento misturador (misturador de cápsulas de amálgama) e aplicadas utilizando um aplicador fornecido pelo fabricante diretamente na restauração indireta e/ou no substrato dental. Há uma outra apresentação comercial na qual o cimento é disposto em duas pastas (em um dispensador tipo “clicker”) a serem manipuladas manualmente em bloco de mistura, sendo que, nesta apresentação comercial o cimento recebe o nome de RelyX U200 clicker. Além destas, há uma outra opção, na qual as duas pastas são dispostas em uma seringa com ponta de automistura com aplicação direta na peça indireta e/ou no substrato dental.

Estudos mostram que as propriedades mecânicas, como resistência à flexão e compressão do cimento resinoso autoadesivo são semelhantes às apresentadas por cimentos resinosos, e superiores às apresentadas por cimentos de fosfato de zinco, por cimento de ionômero de vidro e por cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Piwowarczyk & Lauer, 2003). Outros mostraram que a resistência ao desgaste do RelyX Unicem é superior ao apresentado por cimentos de fosfato de zinco simulando 5 anos de cimentação (Black *et al.*, 2007). Um estudo comparativo de diferentes cimentos resinosos autoadesivos presentes no mercado internacional mostrou que, dentre os cimentos estudados, G-Cem (GC Alsip IL, USA), Maxcem (Kerr, Orange, CA, USA), Smart Cem (Dentsply, Konstanz, Germany) e RelyX Unicem (3M ESPE, Germany), o que apresentou menor degradação superficial em meio ácido foi o RelyX Unicem (Han *et al.*, 2007). Assim, Ferracane *et al.*, em uma revisão de literatura apresentada em 2010, concluíram que os cimentos resinosos autoadesivos, em geral, apresentam propriedades mecânicas superiores às apresentadas por cimentos convencionais como o cimento de fosfato de zinco, policarboxilato, e o cimento de ionômero de vidro.

2.3. Ensaio mecânico para o teste de resistência de união

O desempenho de sistemas adesivos foi, inicialmente, avaliado através de testes de resistência de união à microtração e ao cisalhamento convencionais. Com a evolução dos sistemas adesivos, os testes convencionais deixaram de ser eficientes na avaliação da resistência de união da interface adesiva, por apresentarem grande número de falhas coesivas no substrato dental ou no material restaurador. Estas falhas coesivas são resultado da falta de uniformidade na distribuição de tensões durante os testes de resistência de união à tração e cisalhamento (Van Noort *et al.*, 1991, Sano *et al.*, 1994, Pashley *et al.*, 1995, Versluis *et al.*, 1997, Phrukkanon *et al.*, 1998a, Phrukkanon *et al.*, 1998b e Schreiner *et al.*, 1998, Shono *et al.*, 1999, Bouillaguet *et al.*, 2001).

As falhas coesivas evidenciaram que os testes mecânicos convencionais não estavam mensurando verdadeiramente a resistência da união da interface adesiva. Estas inconsistências inviabilizaram a comparação de estudos realizados e estimularam a busca por uma padronização de diversos parâmetros dos testes mecânicos. Algumas investigações demonstraram diferenças nos resultados encontrados quando houve variações na metodologia do teste (Van Noort *et al.*, 1989, Van Noort *et al.*, 1991) e outras quando houve variação no tamanho e formato das amostras testadas (Van Noort *et al.* 1989, Van Noort *et al.* 1991, Van Noort, 1994, Phrukkanon *et al.*, 1998a, Phrukkanon *et al.*, 1998b).

A investigação mais bem sucedida foi a idealizada por Sano *et al.*, em 1994, que propuseram uma redução no tamanho das amostras testadas. Estes pesquisadores observaram que amostras de tamanho reduzido minimizavam as inconsistências apresentadas pelo teste convencional de tração, e por isso, denominaram teste de “microtração”. A coroa dos dentes era removida para se obter uma superfície plana de dentina exposta que, recebia a aplicação de sistema adesivo e resina composta. Após o período de 24 horas, o conjunto era seccionado em finas fatias perpendiculares à interface adesiva, que eram desgastadas em formato de ampulheta e tracionadas em um equipamento universal de testes. A redução na área da interface adesiva torna a estrutura mais homogênea, favorecendo a distribuição de tensões durante o ensaio mecânico. Esta homogeneidade permite a verdadeira avaliação da resistência

da união, visto que há uma redução na incidência de falhas coesivas no substrato dental e no material restaurador. Outro fator importante observado naquele estudo foi a relação inversamente proporcional da área analisada e o valor de resistência de união, quanto menor a área aderida da amostra maior o valor de resistência de união. Assim, o teste de microtração apresenta média de resistência de união superior e desvio-padrão inferior ao encontrado nos testes convencionais de tração e cisalhamento (Cardoso *et al.*, 1998). Isso ocorre pois a área da interface adesiva para o teste de microtração é menor do que a área da interface adesiva para o teste de tração, e áreas menores tendem a apresentar menos falhas e defeitos do que áreas maiores, assim, o espécime do teste de microtração apresenta menos falhas e defeitos do que os espécimes para o teste de tração (Sano *et al.*, 1994). Uma outra característica observada foi a predominância de fraturas verdadeiramente adesivas, entre sistema adesivo e substrato. Esta redução na incidência de falhas coesivas no substrato ou material restaurador comprova a autêntica mensuração da adesão.

Diferentemente do teste de tração convencional, o teste de microtração permite avaliar regiões isoladas. Assim, é possível avaliar a resistência de união de diferentes regiões em um mesmo substrato (Pashley *et al.*, 1999) ou mesmo avaliar a efetividade da união de tecidos clinicamente desafiadores como tecido cariado (Nakajima *et al.*, 1995) e dentina esclerótica (Tay *et al.*, 2000, Kwong *et al.*, 2002). Outros estudos avaliaram a união simulando situações clínicas como dentina esclerótica em região de abrasão cervical (Yoshiyama *et al.*, 1996) e diferentes regiões de um preparo cavitário (Yoshikawa *et al.*, 1999).

O teste de microtração apresentou vantagens frente ao teste de tração convencional, porém, da forma como foi idealizado por Sano *et al.*, em 1994, apresenta sensibilidade técnica relacionada ao operador. Durante a finalização dos espécimes um dos processos é manual o que pode causar micro-trincas na interface de união (Ferrari & Garcia-Godoy, 2002). O treinamento técnico do operador é essencial para minimizar tais interferências. Outros métodos foram testados para minimizar a interferência do operador, alguns alterando a forma dos espécimes para palitos, ampulheta ou cilindros e outros alterando a área da interface adesiva, que varia de 0,5 a 1,5mm. Foi observado que tanto o

formato quanto a área da interface adesiva influencia nos valores de resistência de união e prejudica a comparação direta de diferentes estudos (Van Meerbeck *et al.*, 2003).

A redução na área da interface adesiva apresenta como benefício permitir a visualização de toda a extensão da superfície fraturada através da microscopia eletrônica de varredura (Pashley *et al.* 1995, Hashimoto *et al.*, 2001), permitindo avaliar de que forma a fratura foi iniciada e a integridade das estruturas da interface de união (Hashimoto *et al.*, 2001). Assim, a combinação da resistência de união e análise das fraturas é extremamente enriquecedora no entendimento da união de materiais restauradores ao substrato dental que auxilia no desenvolvimento de materiais restauradores e técnicas restauradoras (Lin & Douglas, 1994).

O objetivo de qualquer material restaurador é apresentar bom desempenho clínico, mas, testes clínicos apresentam muitas variáveis dificultando o entendimento da participação de cada fator. Desta forma, o desenvolvimento de metodologias que permitam a avaliação de uma variável isoladamente, mantendo as outras constantes, é extremamente valiosa no entendimento das propriedades dos materiais (Van Meerbeck *et al.*, 2003).

3. PROPOSIÇÃO

A proposta deste estudo foi avaliar a resistência de união, por tração, de cimentos resinosos duais à superfície da resina composta à base de silorano, nas seguintes variáveis:

- Tratamento de superfície da resina composta à base de silorano;
- União da superfície da resina composta à base de silorano ao cimento convencional à base de metacrilato;
- União da superfície da resina composta à base de silorano ao cimento resinoso autoadesivo;
- Análise do padrão de fratura;
- Análise da interface de união.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Materiais utilizados

Para este estudo foram utilizados uma resina de baixa contração de polimerização à base de silorano e seu respectivo sistema adesivo (Filtek P90), um cimento resinoso autoadesivo, um sistema adesivo e um cimento resinoso dual. Os nomes comerciais, composições, lotes e fabricantes estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 – Marcas comerciais, composições, lotes e fabricantes dos materiais utilizados no estudo.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO*	Nº LOTE	FABRICANTE
Filtek P90 (A3)	Sílica/silano, trifluoreto de yttrium, bis 3,4-epoxiciclohexiletil-fenil-metilsilano, 3,4-epoxiciclohexilciclopolimetilsiloxano, mistura de outros subprodutos, mistura de subprodutos de epóxi-mono-silanol, mistura de subprodutos de epoxifuncional di- e oligo-siloxano e mistura de subprodutos de alfa-substitutos.	7BB, 8AK 8BL	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA
Sistema Adesivo Filtek P90	Frasco <i>primer</i> : metacrilato 2-hidroxi-1,3-bisfenol A glicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA), água, álcool etílico, ácido metacrilóxi-hexilésteres fosfórico, sílica tratada com silício, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itacônico, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, canforoquinona e óxido de fosfina. Frasco adesivo: dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, dimetacrilato de trietileno glicol, ácido fosfórico metacrilóxi-hexilésteres, canforoquinona e dimetacrilato de 1,6-hexanodiol.	4773P, 4773B	3M ESPE, Seefeld, Alemanha
RelyX Unicem	Pó: pó de vidro silanizado, sílica tratada com silício, hidróxido de cálcio, pirimidina substituída e persulfato de sódio. Líquido: ésteres ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato de 2,2-etilenodioxidietilo, dimetacrilato substituto.	303749	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA
Adper Single Bond 2	Álcool etílico, bismetacrilato de (1-metiletilideno) bis [4,1-fenilenoxi(2-hidroxi-3,1-propanodiol)0], sílica tratada com silício, metacrilato de 2-hidroxi-1,3-bisfenol A glicidil éter dimetacrilato, glicerol, copolímero do ácido acrílico e itacônico, diuretano dimetacrilato e água.	51202	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA
RelyX ARC	Pasta A: bisfenol A glicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA), TEGDMA, zircônia sílica, pigmentos, amina e sistema fotoiniciador. Pasta B: bisfenol A glicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA), TEGDMA, zircônia sílica e peróxido de benzoíla.	EUFY	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA

* Informações fornecidas pelo fabricante.

4.2. Métodos

4.2.1. Confeção das amostras em resina composta à base de silorano

Para a confecção dos discos de resina composta à base de silorano (figura 1) uma matriz de silicone de 10,0mm de diâmetro e 3,0mm de altura foi utilizada. A matriz de silicone foi posicionada sobre uma placa de vidro. Incrementos de 2mm de resina composta à base de silorano, na cor A3, foram adicionados ao molde (figura 2) e fotoativados por 40 segundos por um fotoativador LED (Elipar Freelight 2 – 3M/ESPE) com irradiância de 1200mW/cm². Sobre o incremento final foi colocada uma matriz de poliéster e uma lamínula de vidro. Os grupos experimentais foram sorteados antes do preparo das amostras em forma de discos utilizando a resina composta à base de silorano. Discos de resina composta à base de silorano foram confeccionados e imediatamente cimentados, aos pares, de acordo com o grupo experimental sorteado.

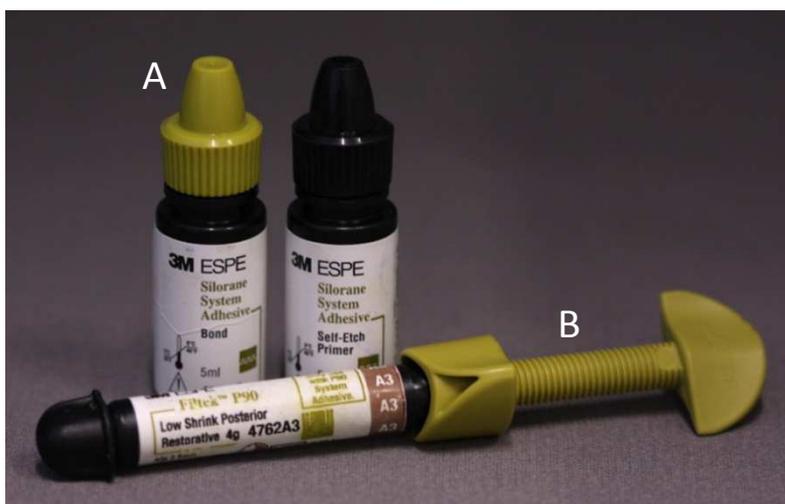


Figura 1: Sistema adesivo exclusivo (A) e resina à base de silorano (B).

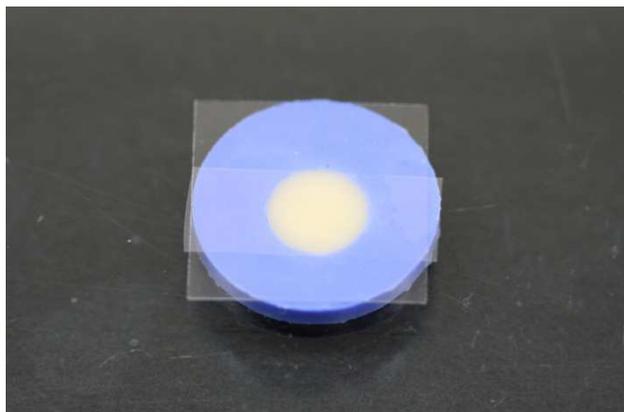


Figura 2: Molde confeccionado em silicone por adição contendo o disco de resina composta à base de silorano com uma tira de poliéster e uma lamínula sobre o conjunto.

4.2.2. Tratamento de superfície dos discos de resina composta à base de silorano

Metade dos grupos experimentais tiveram a superfície tratada para avaliar a influência da rugosidade superficial na resistência da união. Para o tratamento superficial das amostras, foram aplicados jatos de partículas de óxido de alumínio de $50\mu\text{m}$, perpendicularmente à superfície da amostra (figura 3), por um período de 10 segundos, a distância de 2cm e sob pressão de 2 bar (Microetcher Model II Danville Engineering Inc., San Ramon, CA, USA). Em seguida, os espécimes foram limpos em água corrente e sob ultrassom (Unique Indústria e Comércio de Produtos Eletrônicos LTDA, São Paulo, Brasil) imersos em água deionizada por 10 minutos.



Figura 3: Jateamento da superfície do disco de resina composta à base de silorano com partículas de óxido de alumínio de $50\mu\text{m}$.

4.2.3. Preparo das amostras para o teste de microtração

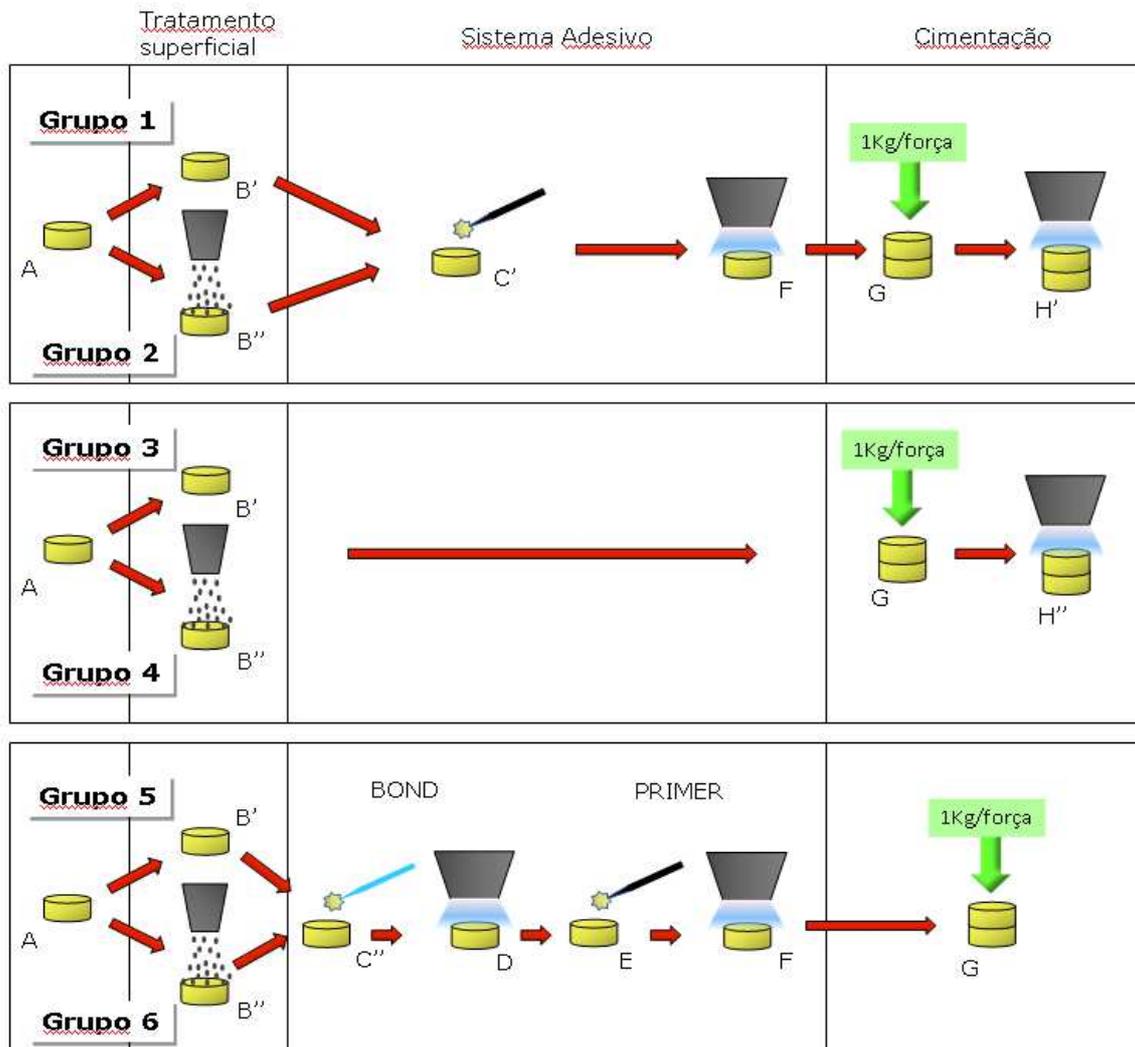


Figura 4: Ilustração dos grupos experimentais: (A) Amostra em forma de disco; (B') amostra sem tratamento superficial; (B'') amostra com superfície jateada; (C') aplicação do sistema adesivo à base de metacrilato; (C'') aplicação do adesivo do sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado; (D) fotoativação por 10 segundos; (E) aplicação do *primer* do sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado; (F) fotoativação por 10 segundos; (G) cimentação e aplicação de carga de 1Kg/força; (H') 5 fotoativações de 40 segundos cada; (H'') 5 fotoativações de 20 segundos cada.

No grupo 1 (SAM+CD) as superfícies das amostras não tiveram suas superfícies tratadas. A cimentação dos 5 pares de discos de resina composta à base de silorano (n=5) foi feita com um sistema adesivo à base de metacrilato (Adper Single Bond 2 – 3M ESPE) e um cimento resinoso dual à base de metacrilato (RelyX ARC – 3M ESPE). As superfícies foram secas com jato de ar comprimido livre de óleo por 10 segundos, em seguida, foram aplicadas duas camadas consecutivas de sistema adesivo (figura 5). Foi aplicado um leve jato de ar e foi feita a fotoativação por 10 segundos com uma unidade LED - Elipar Freelight 2. Os passos acima descritos para a aplicação de sistema adesivo foram feitos nos dois discos a serem cimentados. Em seguida foi feita a manipulação do cimento.

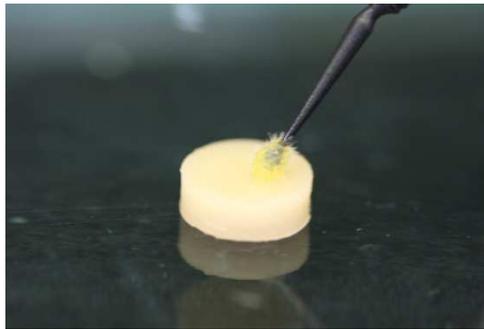


Figura 5: Aplicação de sistema adesivo na superfície da resina composta à base de silorano.



Figura 6: cimento resinoso sendo dispensado em um bloco de mistura.

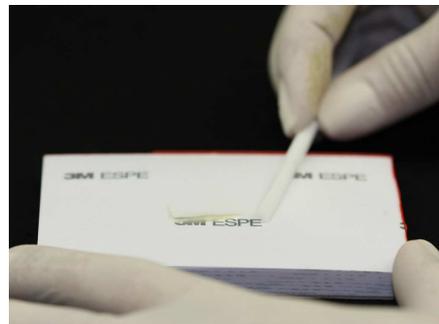


Figura 7: manipulação do cimento resinoso.

Neste grupo foi utilizado o cimento resinoso dual que tem como forma de apresentação comercial um dispensador “clicker”. As duas pastas foram dispensadas em bloco de papel impermeável para espatulação e misturadas por 10 segundos (figuras 6 e 7). O cimento foi aplicado na superfície de um dos discos e o disco oposto foi posicionado sobre o primeiro com pressão manual. O conjunto (disco/cimento/disco) foi colocado em um dispositivo mecânico para aplicação de carga estática de 1Kg (figuras 8 e 9). Em seguida, o excesso de cimento foi removido com uma espátula número 1 e foram feitas cinco fotoativações de 40 segundos cada. Quatro fotoativações foram realizadas nas laterais com a ponta ativa direcionada à interface resina/cimento/resina e angulação de 90° entre cada uma delas para melhor distribuir a luz. Uma fotoativação final foi realizada perpendicularmente à interface resina/cimento/resina, ou seja, sobre o disco superior. As amostras foram armazenadas em água deionizada a 37°C por 24 horas (Estufa de cultura – Famem LTDA, São Paulo, Brasil).

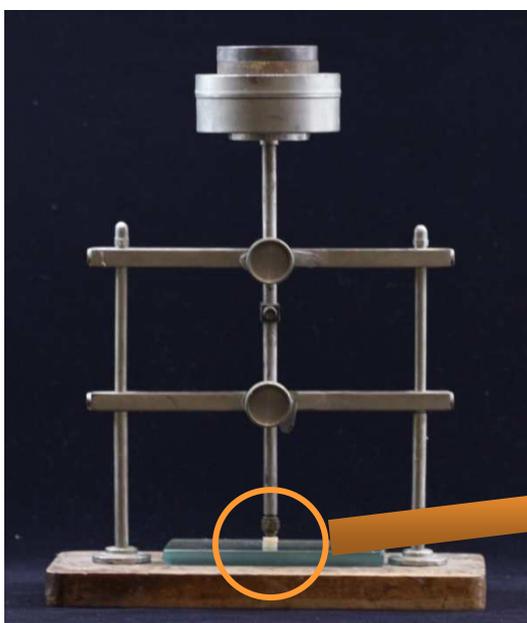


Figura 8: Dispositivo mecânico de carga estática.

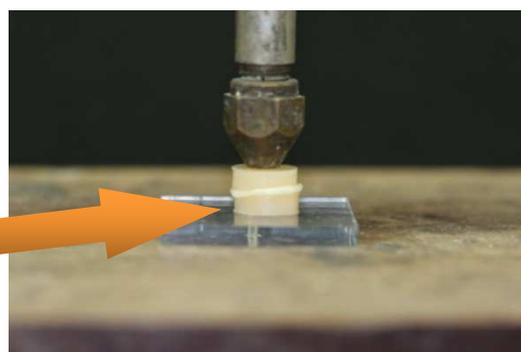


Figura 9: Carga aplicada perpendicularmente à superfície da amostra. Notar o excesso de cimento escoado.

No grupo 2 (JSAM+CD) as superfícies das amostras de resina composta à base de silorano foram submetidas a jatos de partículas do óxido de alumínio de acordo com o protocolo descrito para o tratamento da superfície dos discos de resina à base de silorano. Após o jateamento, os dois discos de compósito à base de silorano foram lavados com spray de ar/água da por 10 segundos, colocados em cuba ultrassônica por 15 minutos e secos por 10 segundos com ar comprimido livre de óleo. A cimentação dos pares de discos de resina composta à base de silorano foi feita utilizando um sistema adesivo à base de metacrilato (Adper Single Bond 2) e um cimento resinoso dual (RelyX ARC). Os procedimentos técnicos de aplicação de sistema adesivo e cimentação realizados seguiram os procedimentos descritos para o grupo 1. As amostras foram armazenadas em água deionizada a 37°C por 24 horas (Estufa de cultura – Famem LTDA, São Paulo, Brasil).



Figura 10: Superfícies de discos de resina composta à base de silorano antes (A) e após (B) serem submetidas a jatos de partículas de óxido de alumínio.

No grupo 3 (CA) as superfícies não receberam tratamento superficial. Realizou-se a secagem das superfícies com jato de ar comprimido livre de óleo por 10 segundos. A cimentação dos pares de discos de resina composta à base de silorano foi feita utilizando um cimento resinoso autoadesivo (RelyX

Unicem). A cápsula de cimento autoadesivo RelyX Unicem (figura 11) foi retirada do invólucro de alumínio e inserida no dispositivo ativador (3M ESPE), que pressionado por 2 segundos rompeu o lacre que separava o pó do líquido (figura 12). Posteriormente, a cápsula foi colocada em um misturador mecânico vibratório (Ultramat 2, SDI Brasil, Indústria e Comércio, LTDA) tipo amalgamador, para a homogeneização do pó e do líquido (figura 13). A mistura foi efetuada durante 15 segundos a uma frequência de 4600 oscilações por minuto. Para a aplicação do cimento, a cápsula foi inserida no aplicador denominado Aplicap (3M ESPE) e a ponta dispensadora foi direcionada para a superfície do disco (figura 14). Com movimentos sucessivos de acionamento do aplicador, o cimento foi dispensado uniformemente sobre um dos discos. Em seguida, o disco oposto foi colocado sobre o primeiro e pressionado manualmente. Em seguida, o conjunto (disco/cimento/disco) foi posicionado em um dispositivo mecânico para aplicação de 1Kg de carga estática conforme mostrado na figura 15 (Vaz *et al.*, 2012). O excesso de cimento foi removido com uma espátula número 1 e foram feitas cinco fotoativações de 20 segundos cada. Quatro fotoativações foram realizadas nas laterais com a ponta ativa do fotoativador direcionada à interface resina/cimento/resina e angulação de 90° entre cada uma delas para melhor distribuir a luz. Uma fotoativação final foi realizada perpendicularmente à interface resina/cimento/resina, ou seja, sobre o disco superior. As amostras foram armazenadas em água deionizada a 37°C por 24 horas (Estufa de cultura – Famem LTDA, São Paulo, Brasil).



Figura 11: cápsula do RelyX Unicem.

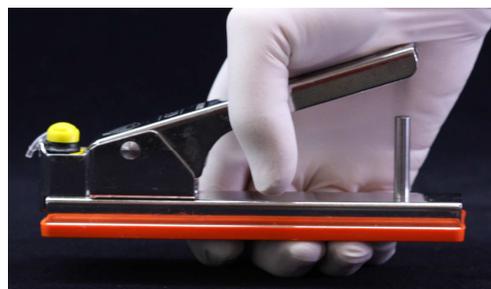


Figura 12: cápsula do RelyX Unicem no dispositivo ativador.



Figura 13: misturador mecânico do tipo amalgamador.



Figura 14: cápsula no dispositivo aplicador dispensando o cimento resinoso autoadesivo.



Figura 15: conjunto disco/cimento/disco no dispositivo estático de carga.

No grupo 4 (JCA) as superfícies dos discos de resina composta à base de silorano foram jateadas com partículas de óxido de alumínio utilizando o protocolo descrito na sessão tratamento superficial dos discos de resina à base de silorano. Após o tratamento superficial, os discos foram lavados em spray ar/água por 10 segundos, submetidos à limpeza ultrassônica por 15 minutos e secagem com ar comprimido livre de óleo por 10 segundos. Os pares de discos de resina composta à base de silorano foram cimentados com um cimento resinoso autoadesivo (RelyX Unicem) e os procedimentos técnicos de cimentação seguem os passos descritos no grupo 3. As amostras foram armazenadas em água deionizada a 37°C por 24 horas (Estufa de cultura – Famem LTDA, São Paulo, Brasil).

No grupo 5 (SAS+CD) as superfícies dos discos de resina composta à base de silorano foram secas com ar comprimido livre de óleo por 10 segundos. Neste grupo foi utilizado o sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado utilizado exclusivamente com a resina composta à base de silorano (Sistema adesivo P90) e o cimento resinoso dual (RelyX ARC). O adesivo hidrófobo, ou seja, o passo 2, do sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado, foi aplicado sobre a superfície da amostra com um pincel tipo microbrush (figura 16). Em seguida, foi aplicado um leve jato de ar e fotoativação por 10 segundos (figura 17). A próxima etapa foi aplicar o *primer* do sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado, ou seja, o passo 1, sobre a superfície do disco (figura 18). Foi aplicado novamente um leve jato de ar para a volatilização do solvente e a fotoativação por 10 segundos (figura 19). Este procedimento técnico descrito foi feito no disco oposto seguindo o mesmo protocolo. Os procedimentos de cimentação com o cimento resinoso dual foram os mesmos descritos para o grupo 1. As amostras foram armazenadas em água deionizada a 37°C por 24 horas (Estufa de cultura – Famem LTDA, São Paulo, Brasil).

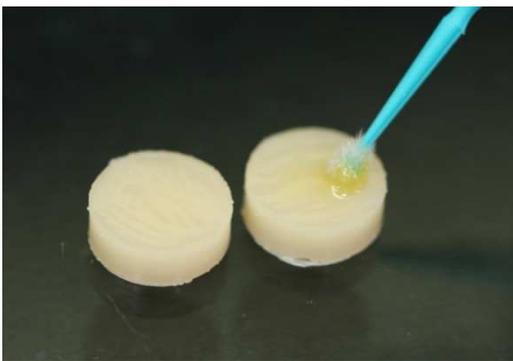


Figura 16: Aplicação do adesivo hidrófobo (*bond*) sobre a superfície do disco confeccionado em resina composta à base de silorano.

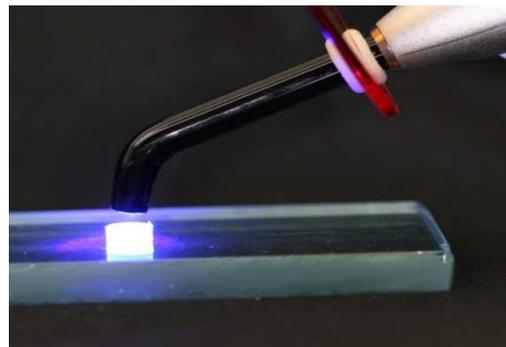


Figura 17: Fotoativação do adesivo (*Bond*) por 10 segundos.

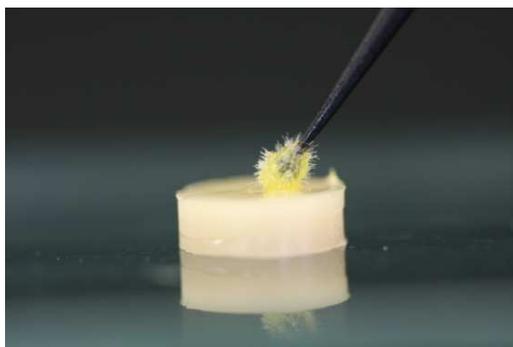


Figura 18: Aplicação do *primer* sobre a superfície do disco confeccionado em resina composta à base de silorano.

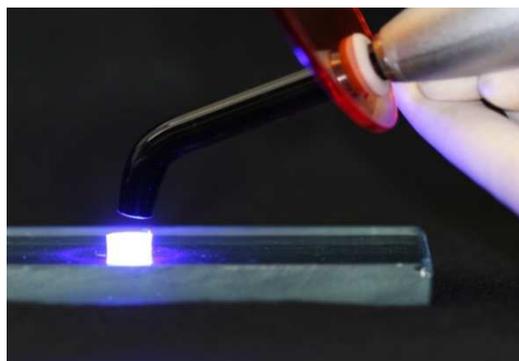


Figura 19: Fotoativação do *primer* por 10 segundos.

No grupo 6 (JSAS+CD) as superfícies dos discos de silorano foram tratadas com jatos de partículas de óxido de alumínio com 50 μ m de acordo com o protocolo descrito na sessão tratamento de superfície dos discos de resina à base de silorano. Após o tratamento superficial, os discos foram lavados em spray ar/água por 10 segundos, submetidos à limpeza ultrassônica por 15 minutos e foi feita a secagem com ar comprimido livre de óleo por 10 segundos. Para a cimentação dos pares de discos foi utilizado um sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado utilizado exclusivamente com a resina composta à base de silorano (Sistema adesivo P90) e cimento resinoso dual (RelyX ARC). Os pares de discos receberam os mesmos procedimentos técnicos de aplicação de sistema adesivo e cimentação descritos para o grupo 5. As amostras foram armazenadas em água deionizada a 37°C por 24 horas (Estufa de cultura – Famem LTDA, São Paulo, Brasil).

4.2.4. Avaliação da resistência de união à microtração

4.2.4.1. Obtenção das amostras

Os pares de discos de resina composta à base de silorano cimentados foram fixados em placa de acrílico para a obtenção de amostras em forma de palitos para o teste de microtração. Os conjuntos (disco/cimento/disco) foram posicionados na placa de acrílico com cera pegajosa plastificada na base (Passon Ind. e Com. de materiais odontológicos), em seguida, uma pequena quantidade de cera pegajosa foi colocada ao redor do disco inferior. Godiva (DFL Ind. E Com. S.A. , Rio de Janeiro, Brasil), previamente aquecida, foi colocada sobre a cera pegajosa contornando o conjunto para aumentar a estabilidade durante os cortes. Posteriormente, o conjunto foi levado a uma cortadeira de precisão (Isomet 100-Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA), em que um disco impregnado por diamantes foi utilizado para executar secções de aproximadamente 1,0mm de distância entre elas, a uma velocidade de 300rpm sob irrigação constante. Após a realização das todas as secções seriadas paralelas, uma camada de godiva foi pré-aquecida e colocada ao redor de todo o conjunto para maior estabilidade durante o segundo corte. A placa de acrílico foi novamente colocada na máquina de corte, porém, em posição invertida 90° em relação à posição inicial. Os cortes foram feitos perpendicularmente aos iniciais, o que resultou em amostras em forma de barras (palitos) com área transversal de aproximadamente 0,7mm². (figura 20).



Figura 20: corpos-de-prova em forma de palito.

A partir de cada par de discos foram obtidas 30 amostras em forma de palitos de aproximadamente $0,7\text{mm}^2 \pm 0,2\text{mm}^2$ de diâmetro transversal dos quais 15 palitos foram aleatoriamente selecionados para o ensaio de microtração.

4.2.4.2. Teste de microtração

O ensaio de tração foi realizado imediatamente após a obtenção das amostras em forma de palitos. Para isso, foi utilizado o dispositivo de Geraldelli, acoplado à máquina universal de ensaio (Instron 4411, Corona, CA, EUA) com a célula de carga de 500 Newtons (Static Load Cell-Instron). Cada amostra foi fixada em um dos dispositivos com cola à base de cianoacrilato em gel (Flash glue, NHPCO, Nova Iorque, USA) com o auxílio de pinça clínica. Sobre a cola à base de cianoacrilato foi aplicado com auxílio de um pincel tipo microbrush uma substância aceleradora de presa (cyanoacrylate accelerator Flashtac, NHPCO, Nova Iorque, USA).

O ensaio de microtração foi realizado à velocidade de 0,5mm/min até a ruptura da amostra, obtendo-se valores de resistência da união em quilograma-força. A área da secção transversal da amostra foi mensurada com um paquímetro digital eletrônico (Starret 727 – Starret Indústria e Comércio Ltda, SP, Brasil) para o cálculo dos valores em Mega Pascal, conforme a fórmula:

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

Os valores obtidos foram submetidos à Análise de Variância sob dois critérios e ao Teste de Tukey, em nível de significância de 5%. Os fatores considerados foram: material em 4 níveis e tratamento superficial com 2 níveis.

4.2.4.3. Preparo das amostras para análise do padrão de fratura

Todas as superfícies fraturadas obtidas das amostras foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) para determinar o padrão de fratura obtido após o ensaio de microtração. Para tanto, as duas extremidades das amostras rompidas foram fixados em “stubs” de alumínio. Os fragmentos foram fixados em fita de carbono dupla face (Eletronic Microscopy Sciences, Washington 19034 - EUA) e desumidificados por 1 hora em um recipiente plástico contendo sílica gel previamente desidratadas em estufa (Estufa de secagem e esterilização – Famem LTDA, São Paulo, Brasil) a 40°C por 6 horas. Posteriormente, os fragmentos receberam uma cobertura de ouro/paládio em um metalizador (Balzers, modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 – Alemanha) e foram observados e classificados em microscópio eletrônico de varredura (JEOL-5600 LV, Japão) a aceleração de voltagem de 15KV, WD=30mm e spotsize 30nm.

Foram encontrados os seguintes padrões de fratura:

Tipo 1: fratura coesiva no cimento

Tipo 2: fratura coesiva no silorano

Tipo 3: fratura adesiva entre adesivo e silorano

Tipo 4: fratura mista envolvendo cimento e silorano

Tipo 5: fratura mista envolvendo cimento e adesivo

4.2.5. Preparo das amostras para a análise da interface adesiva

Os pares de discos de resina composta à base de silorano foram tratados e cimentados de acordo com o grupo selecionado. Os pares de discos de resina composta à base de silorano cimentados foram fixados em placa de acrílico para a obtenção de amostras para a análise da interface adesiva. Os conjuntos (disco/cimento/disco) foram posicionados na placa de acrílico com cera pegajosa plastificada na base (Passon Ind. e Com. de materiais odontológicos), em seguida, uma pequena quantidade de cera pegajosa foi colocada ao redor do disco inferior. Godiva (DFL Ind. E Com. S.A., Rio de Janeiro, Brasil),

previamente aquecida, foi colocada sobre a cera pegajosa contornando o conjunto para aumentar a estabilidade durante os cortes. Posteriormente, o conjunto foi levado a uma cortadeira de precisão (Isomet 100-Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA), em que um disco impregnado por diamantes foi utilizado para executar um corte transversal à interface de união. Foi feito somente um corte transversal adquirindo 2 amostras em forma de meia lua. Estas amostras foram fixadas em “stubs” de alumínio com fita de carbono dupla face (Eletronic Microscopy Sciences, Washington 19034 - EUA) e desumidificadas por 1 hora em um recipiente plástico contendo sílica gel previamente desidratadas em estufa (Estufa de secagem e esterilização – Famem LTDA, São Paulo, Brasil) a 40°C por 6 horas. Posteriormente, as amostras em forma de meia lua receberam uma cobertura de ouro/paládio em um metalizador (Balzers, modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Furstentum Liechtenstein, FL-9496 – Alemanha) e foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (JEOL-5600 LV, Japão) a aceleração de voltagem de 15 KV, WD=30mm e spotsize 30nm.

5. RESULTADOS

5.1. Resistência de união à microtração

Através da análise de variância a dois fatores (Tabela 1) os efeitos do “material” e “tratamento” foram avaliados separadamente, bem como a interação entre eles (n=5). Os valores foram submetidos ao teste de Tukey, em nível de significância de 5%.

Tabela 1: Análise de Variância

Causas de variação Prob F	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F
MATERIAL				
0.00001	3	11768.9558088	3922.9852696	41.6885
TRATAMENTO				
0.00452	1	888.1193694	888.1193694	9.4378
MAT*TRA 0.00001	3	5377.5884899	1792.5294966	19.0487
Resíduo	32	3011.2744100	94.1023253	
Total	39	21045.9380780		

Média Geral = 42,739498; coeficiente de variação = 22,697%

De acordo com a Análise de Variância apresentada na Tabela 1, o fator “material” ($p=0,00001$) apresentou diferença estatisticamente significativa. O fator “tratamento” apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,00452$) e a interação entre os fatores “material” e “tratamento” também apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,00001$). O teste de Tukey com nível de 5% foi aplicado e as médias e os desvios-padrão estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Valores médios e desvios-padrão da resistência da união à tração (MPa) dos grupos experimentais em relação ao tratamento de superfície.

Material Utilizado		
	Não Jateado	Jateado
Adesivo Metacriato + Cim Dual (G1 e G2)	0 (0) C b	47,96 (9,12) A a
Cimento Autoadesivo (G3 e G4)	50,37 (8,63) B a	57,07 (12,01) A a
Adesivo Resina Silorano + Cim Dual (G5 e G6)	70,74 (9,18) A a	59,24 (9,91) A a

Médias seguidas por letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre as condições experimentais (Teste de Tukey $p > 0,05$)

Médias seguidas por letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas entre as condições experimentais (Teste de Tukey $p > 0,05$).

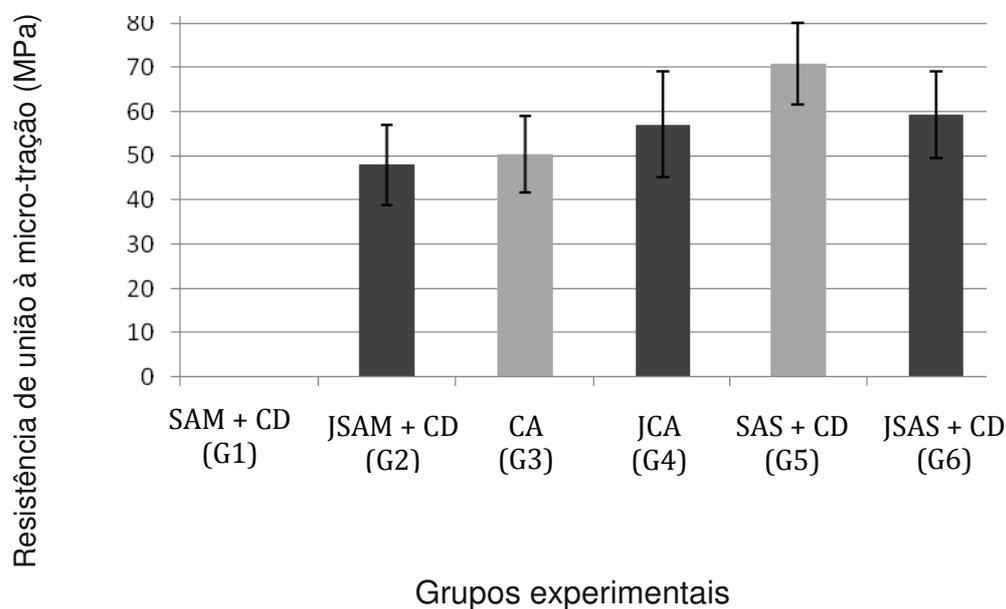


Figura 21: Ilustração gráfica das médias de resistência de união e desvios-padrão dos grupos experimentais com e sem tratamento de superfície.

De acordo com o Teste de Tukey apresentado na Tabela 2, dos grupos que não tiveram a superfície tratada (G1, G3 e G5), todos foram estatisticamente diferentes entre si, sendo o grupo com a aplicação do sistema adesivo P90 e cimento resinosos o que apresentou maior valor de resistência de união [70,7 (9,2) MPa], seguido do grupo cimentado com o cimento autoadesivo [50,4 (8,6) MPa] e seguido do grupo cimentado com o sistema adesivo à base de metacrilato e cimento resinoso [0,0 (0,0) MPa]. Os palitos do grupo sem tratamento de superfície cimentado com sistema adesivo à base de metacrilato e cimento resinoso não apresentaram resistência suficiente para o teste de tração, por isso, a média foi considerada zero. Foram perdidos 15 palitos no total.

Dos grupos que tiveram superfície tratada (G2, G4 e G6), não houve diferença estatística entre os valores apresentados.

Os grupos que tiveram como agente cimentante a combinação de sistema adesivo à base de metacrilato e cimento resinoso à base de metacrilato (G1 e G2) apresentaram diferenças estatísticas. O grupo sem tratamento de superfície apresentou falhas prematuras [0,00 (0,0)], por isso, teve valor nulo de resistência de união que diferiu estatisticamente do grupo com tratamento de superfície [47,96 (9,12)].

Considerando os grupos que tiveram como agente cimentante o cimento resinoso autoadesivo (grupos 3 e 4), o grupo com [57,1 (12,0) MPa] e sem tratamento de superfície [50,3 (8,6) MPa] não apresentaram diferenças estatísticas entre si.

Os grupos cimentados com a combinação entre sistema adesivo P90 e cimento resinoso dual (G5 e G6) não apresentaram médias de resistência de união estatisticamente diferentes, independentemente se tiveram a superfície tratada com partículas de óxido de alumínio [59,2 (9,9) MPa] ou não [70,7 (9,1) MPa].

5.2. Análise do padrão de fratura por meio da microscopia eletrônica de varredura

A tabela 3 mostra o registro dos padrões de fratura em porcentagem e a figura 22 mostra a distribuição e os tipos de fratura observados após o teste de microtração. O padrão de fratura encontrado com maior frequência foi do tipo 1 (falha coesiva no cimento) encontrado em todos os cimentos utilizados (figura 23). O segundo padrão de fratura mais encontrado foi a falha adesiva entre adesivo e silorano (tipo 3), encontrado nos grupos cimentados com o cimento resinoso à base de metacrilato sem tratamento de superfície (G1 – SAM + CD e G5 – SAS + CD). Este padrão de fratura pode ser observado na figura 25.

Em seguida, foram encontradas falhas coesivas no silorano (tipo 2), sendo observado em todos os grupos, exceto no grupo no qual foi utilizado o adesivo à base de metacrilato e cimento resinoso dual (G1 – SAM + CD). Este padrão de fratura pode ser observado na figura 24.

O tipo de fratura menos frequente foi a falha mista envolvendo cimento e adesivo (tipo 5), observada nos grupos no qual foi utilizado sistema adesivo à base de metacrilato e cimento resinoso dual (G2 – JSAM+CD, G5 – SAS + CD e G6 – JSAS + CD). Este padrão de fratura pode ser observado na figura 27.

Tabela 3: Registro dos padrões de fratura após o teste de microtração em porcentagem (%).

Tipo do Padrão de Fratura	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4	Grupo 5	Grupo 6
1		84	24	42,66		72
2		9,34	26,66	24	20	4
3	100				72	
4			49,34	33,34		
5		6,66			8	24

Classificação dos padrões de fratura

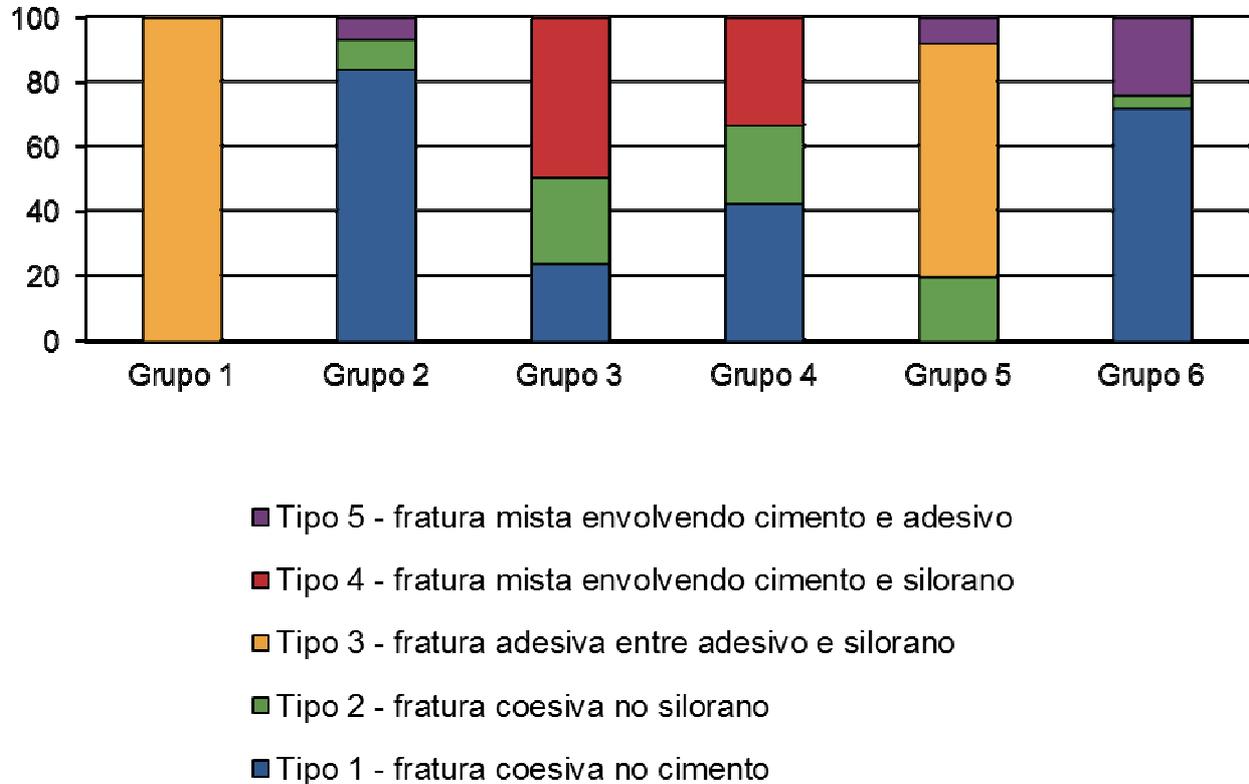


Figura 22: Ilustração gráfica da distribuição dos padrões de fratura dos grupos testados após o teste de micro-tração. Tipo 1: fratura coesiva no cimento, Tipo 2: fratura coesiva no silorano, Tipo 3: Adesiva entre adesivo e silorano, Tipo 4: mista envolvendo cimento e silorano e Tipo 5: mista envolvendo cimento e adesivo.

5.3. Distribuição do padrão das fraturas

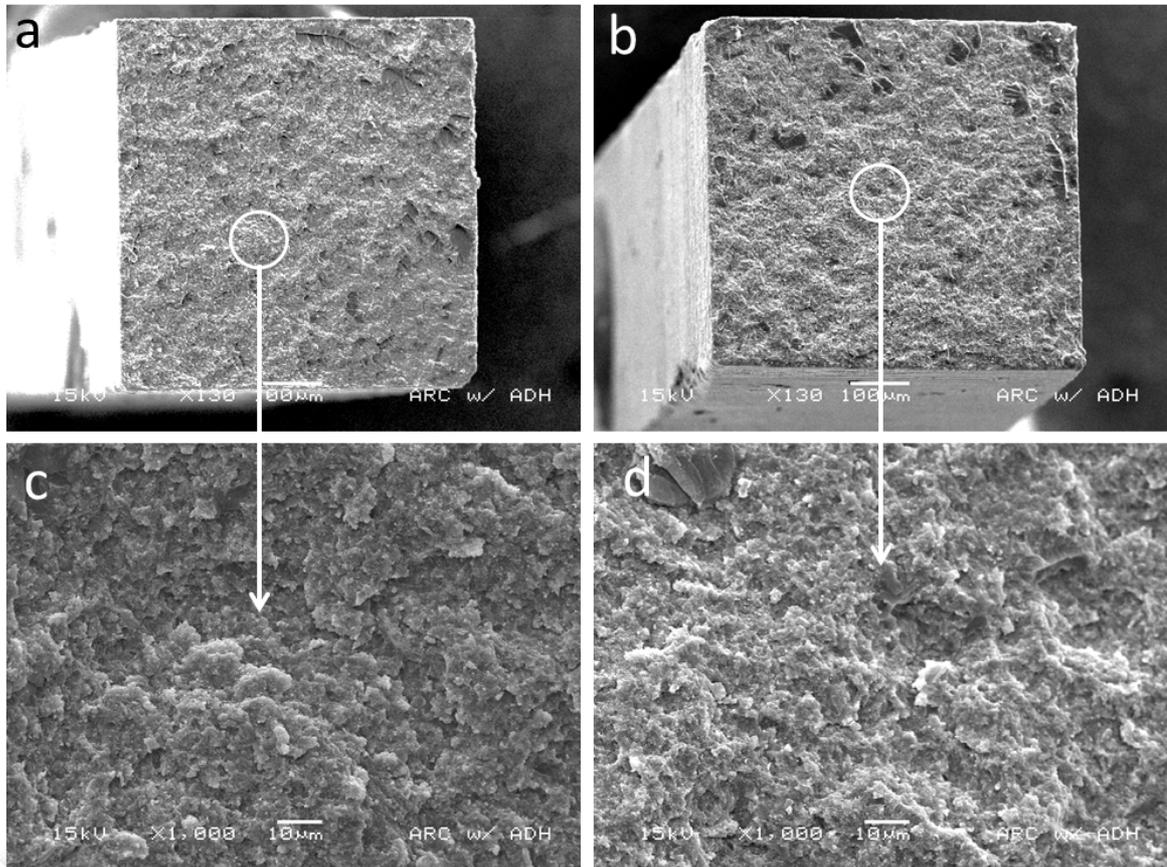


Figura 23: Fotografia em MEV (microscopia eletrônica de varredura) mostrando o padrão de fratura do tipo 1 (fratura coesiva no cimento) após o teste de microtração realizado em amostras de resina composta à base de silorano com tratamento de superfície após a cimentação com cimento resinoso à base de metacrilato convencional (G6). As imagens (a) e (b) apresentam lados homólogos do espécime fraturado, e as imagens (c) e (d) apresentam ampliações de regiões das imagens (a) e (b) indicadas pelos círculos brancos.

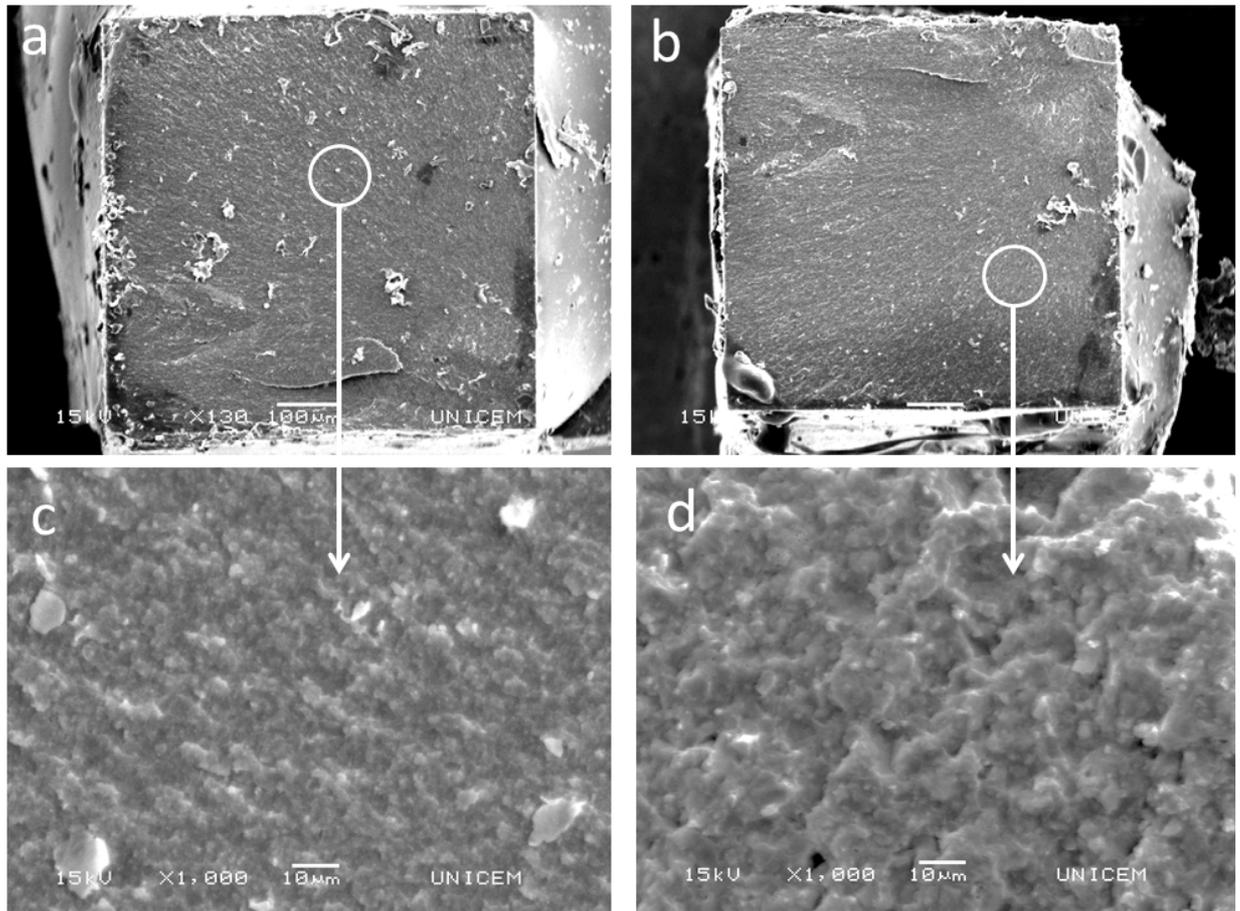


Figura 24: Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo 2 (fratura coesiva no silorano) obtido em amostras de resina composta à base de silorano sem tratamento de superfície após cimentação com cimento resinoso autoadesivo (G3). As imagens (a) e (b) representam lados homólogos do espécime fraturado, e as imagens (c) e (d) apresentam ampliações de regiões das imagens (a) e (b) indicadas pelos círculos brancos.

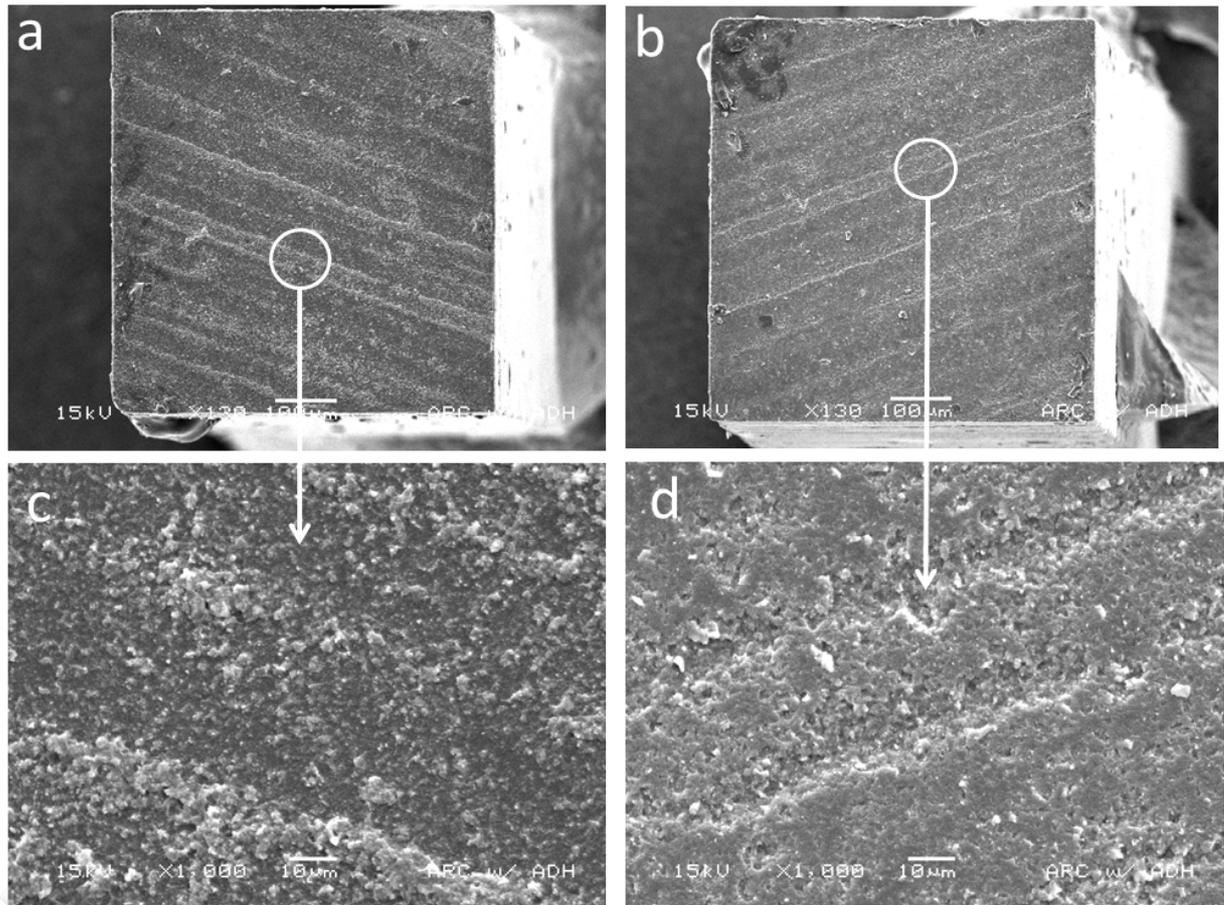


Figura 25: Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo 3 (fratura adesiva entre adesivo e silorano) obtido em amostras de resina composta à base de silorano sem tratamento de superfície após a aplicação de sistema adesivo à base de metacrilato e cimentação com o cimento resinoso (G1).

As imagens (a) e (b) representam lados homólogos do espécime fraturado, e as imagens (c) e (d) apresentam ampliações de regiões das imagens (a) e (b) indicadas pelos círculos brancos.

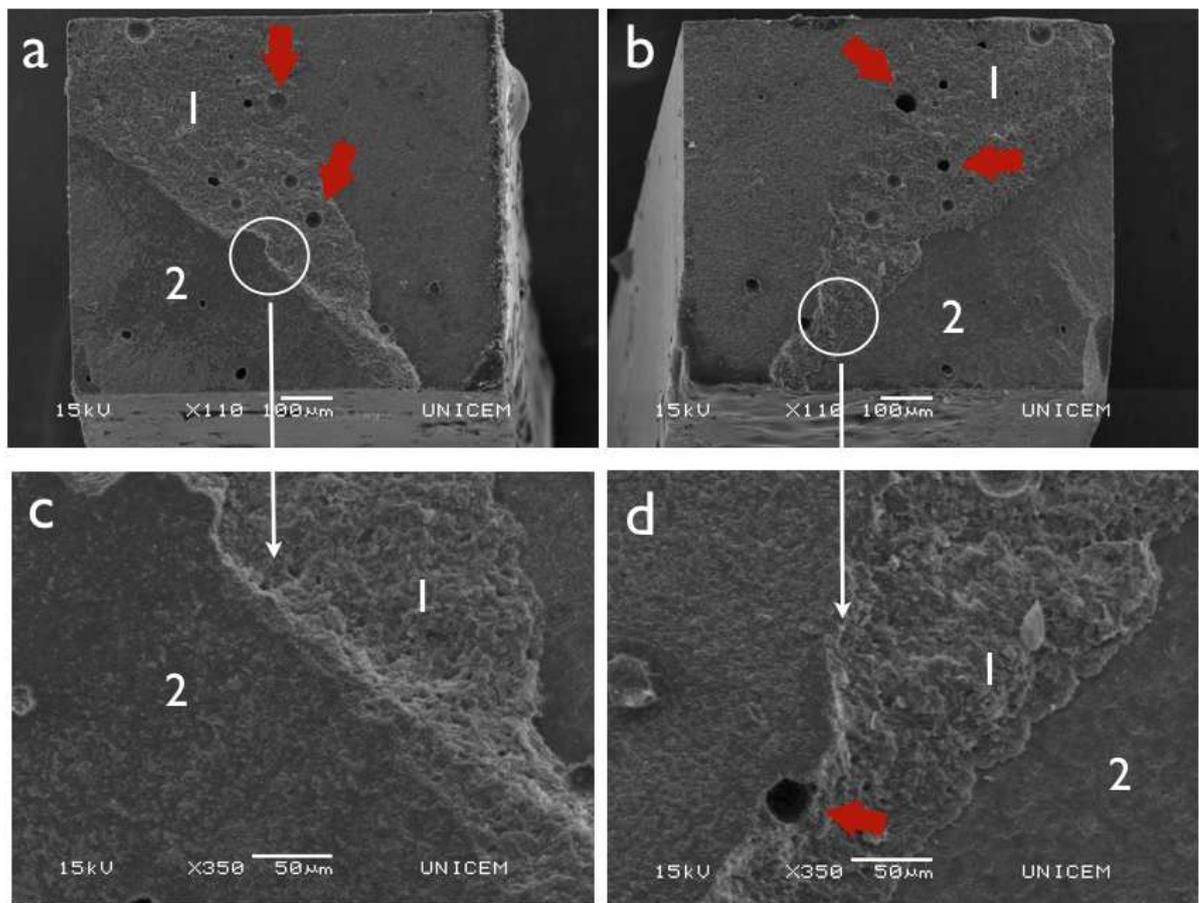


Figura 26: Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo 4 (fratura mista envolvendo cimento e silorano) obtido em amostras de resina composta à base de silorano sem tratamento de superfície após a cimentação com cimento resinoso autoadesivo (G3). As imagens (a) e (b) representam lados homólogos do espécime fraturado, e as imagens (c) e (d) apresentam ampliações de regiões das imagens (a) e (b) indicadas pelos círculos brancos. A região (1) mostra a superfície do cimento após a fratura coesiva, notar as irregularidades na superfície do cimento e as porosidades indicadas pelas setas vermelhas. A região (2) mostra a superfície do silorano após a fratura adesiva entre cimento e silorano. Notar os vestígios de cimento na superfície da resina composta.

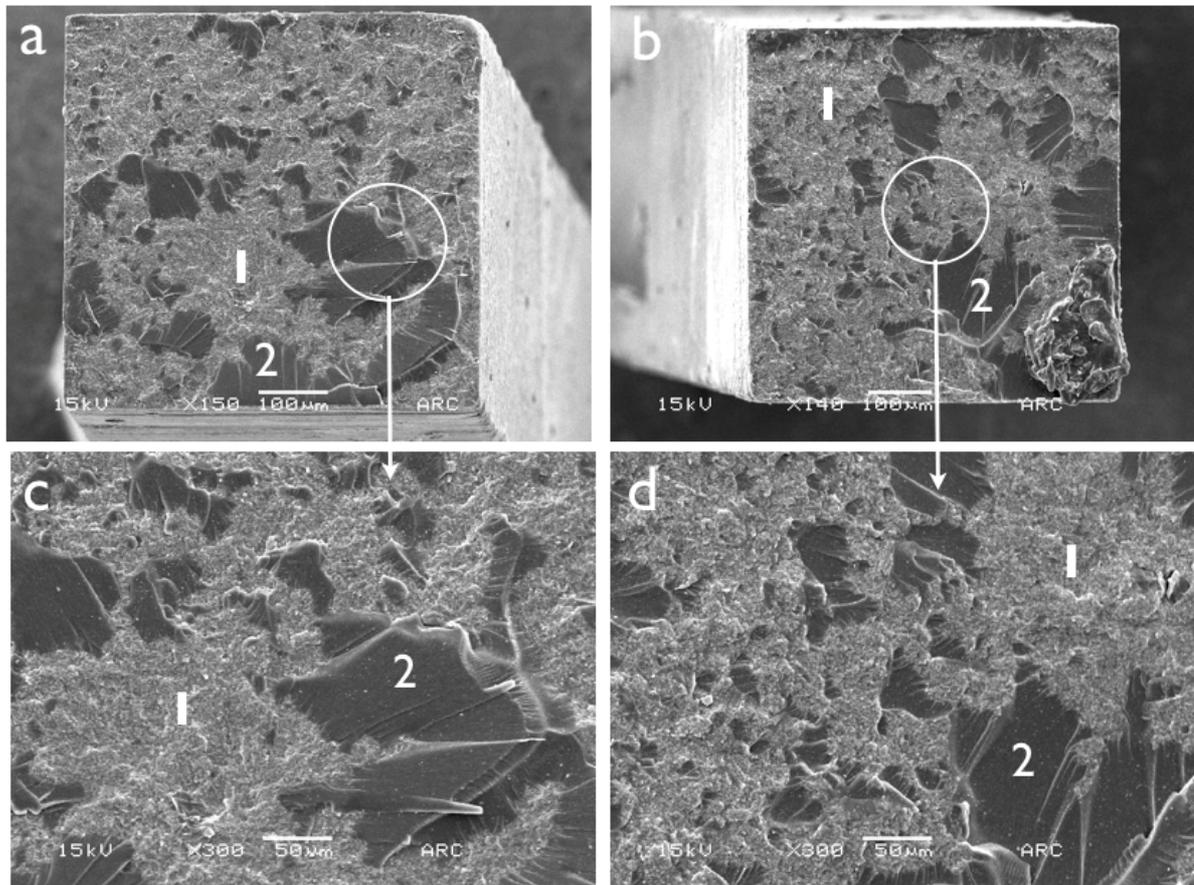


Figura 27: Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo 5 (fratura mista envolvendo cimento e adesivo) obtido em amostras de resina composta à base de silorano com tratamento de superfície após a aplicação de sistema adesivo à base de metacrilato e cimentação com cimento resinoso dual (G2). As imagens (a) e (b) representem lados homólogos do espécime fraturado, e as imagens (c) e (d) apresentam ampliações de regiões das imagens (a) e (b) indicadas pelos círculos brancos. A região (1) mostra vestígios de cimento aderidos na superfície do adesivo e a região (2) mostra estrias do adesivo.

5.4. Caracterização micro-morfológica da interface de união através de microscopia eletrônica de varredura

Representações fotográficas em microscopia eletrônica de varredura da região da interface de união entre resina à base de silorano e diferentes sistemas adesivos e cimentos odontológicos.

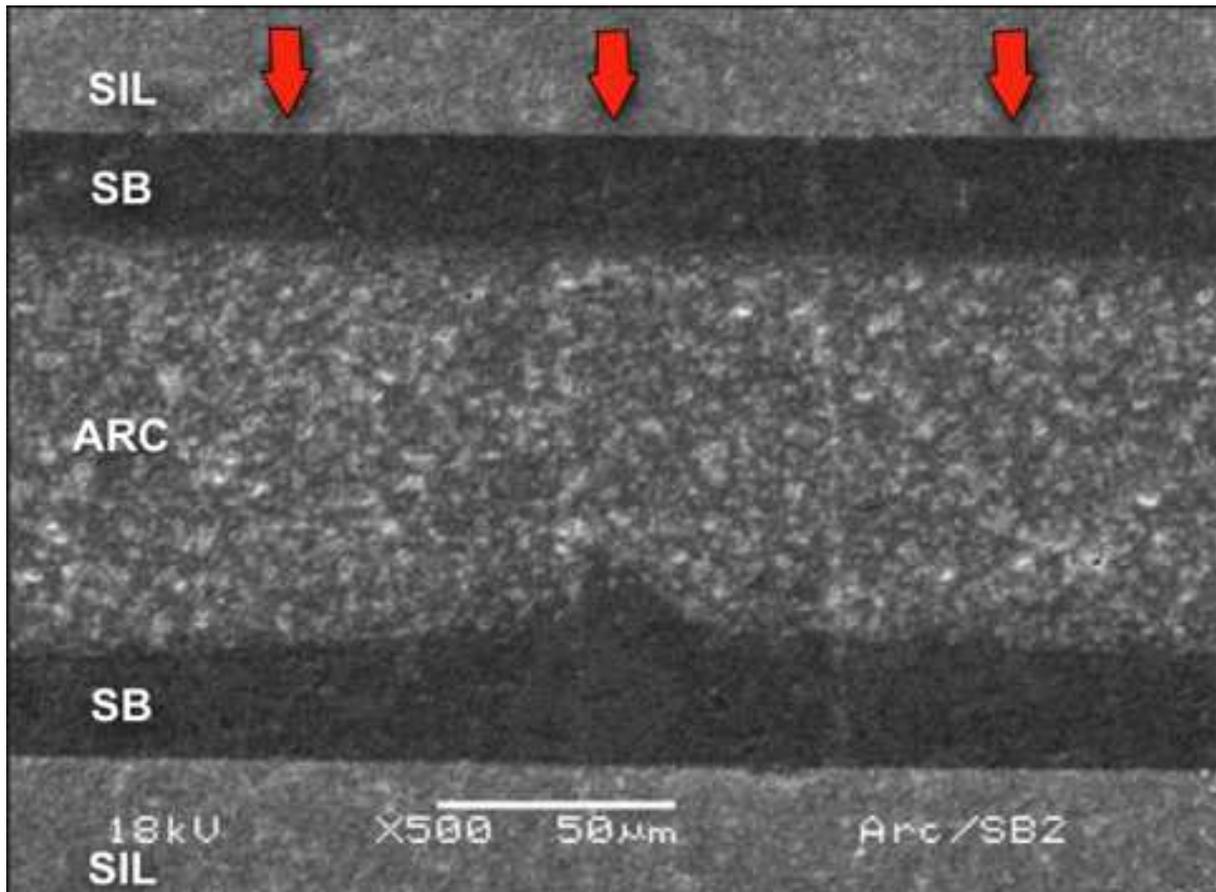


Figura 28: Fotografia em MEV da interface de união do G1: os discos de resinas à base de silorano (SIL) sem tratamento de superfície com óxido de alumínio receberam a aplicação de sistema adesivo à base de metacrilato (SB) e foram cimentados com cimento resinoso à base de metacrilato (ARC) formando um “sanduíche”. Observar a superfície plana dos discos indicada pelas setas vermelhas. Observar que não há a presença de porosidades e nem de descontinuidade.

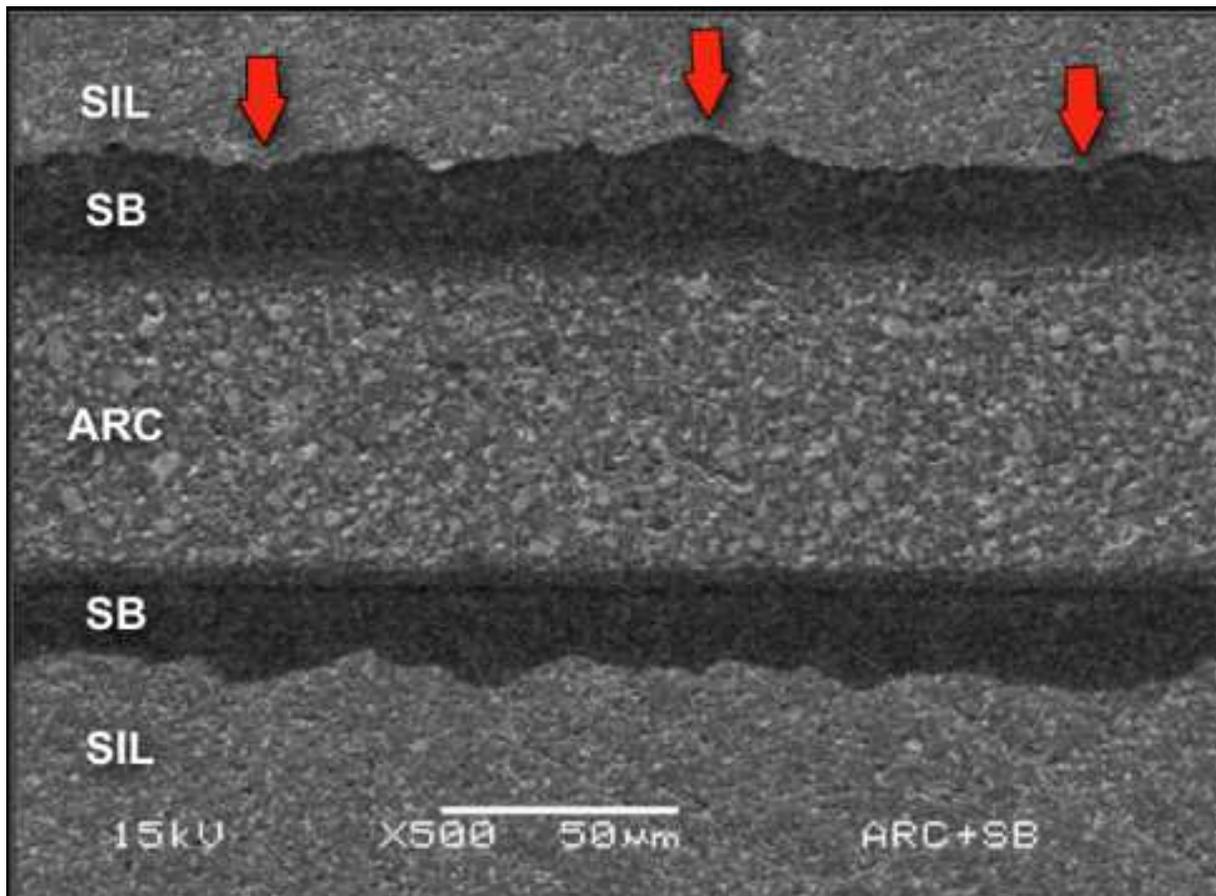


Figura 29: Fotografia em MEV da interface de união do G2: os dois discos de sílorano (SIL) foram tratados com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação de sistema adesivo à base de metacrilato (SB) e cimentados com cimento resinoso à base de metacrilato (ARC) formando um “sanduíche”. As irregularidades criadas pelo tratamento de superfície com as partículas de óxido de alumínio estão indicadas pelas setas vermelhas. Observar que a interface de união não apresenta porosidades ou descontinuidade na interface de união.

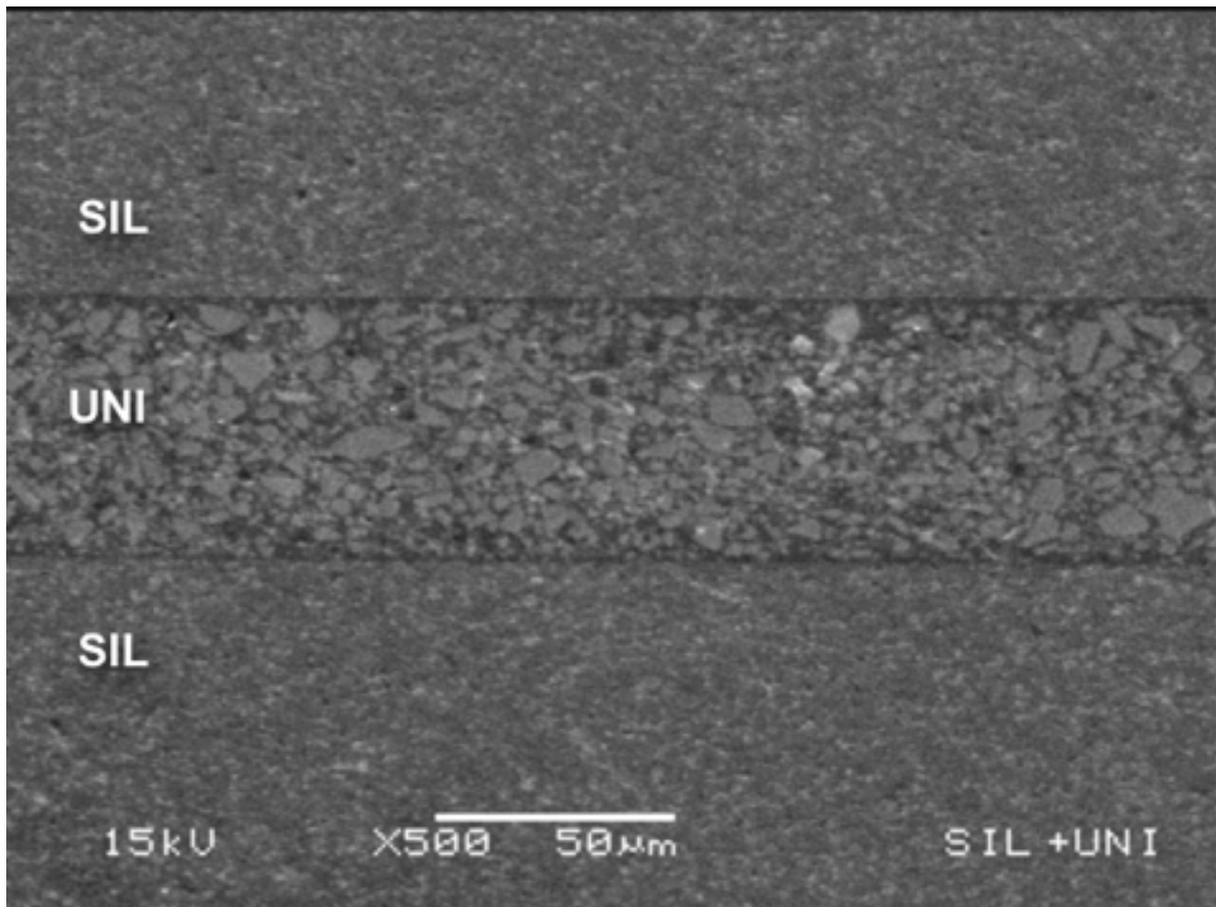


Figura 30: Fotografia em MEV da interface de união do G3: os dois discos de resina à base de silorano (SIL) foram mantidos lisos e cimentados com cimento resinoso autoadesivo (UNI) formando um “sanduíche”. Observar a integridade da união e ausência de porosidades.

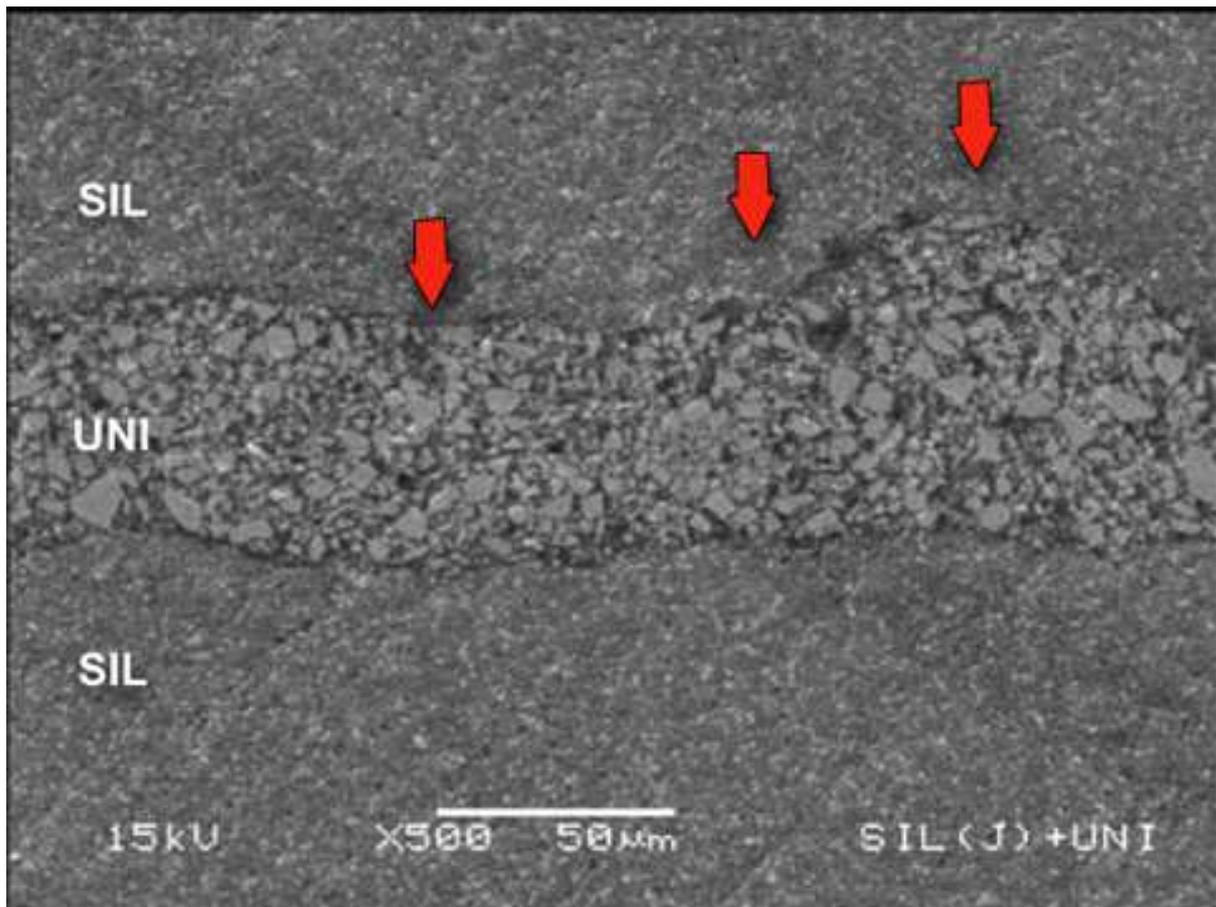


Figura 31: Fotografia em MEV da interface de união do G4: os dois discos de resina à base de silorano (SIL) foram tratados com partículas de óxido de alumínio e cimentados com cimento resinoso autoadesivo (UNI) formando um “sanduíche”. As irregularidades da superfície do disco estão indicadas pelas setas vermelhas. Observar a ausência se porosidades e a continuidade da interface de união.

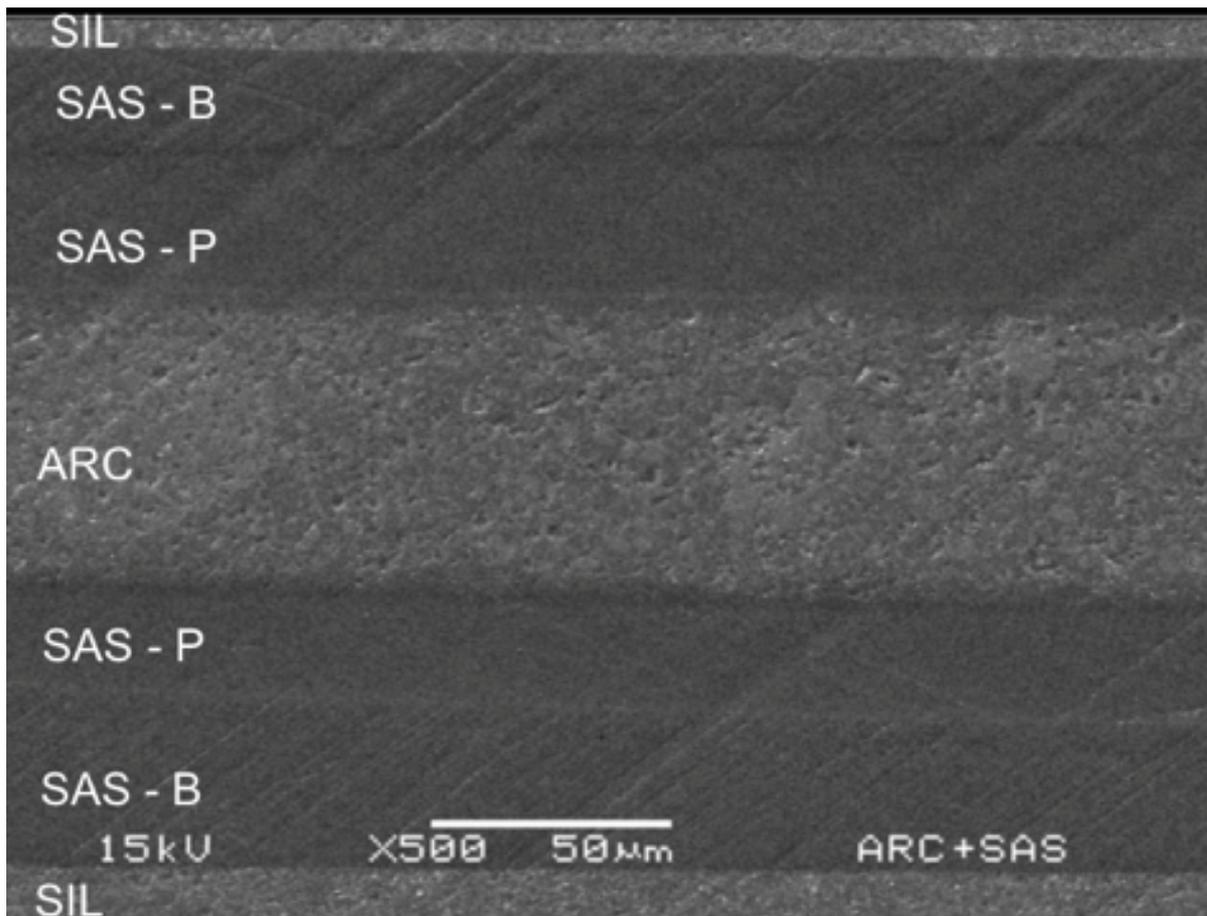


Figura 32: Fotografia em MEV da interface de união do G5: os discos de resina à base de silorano (SIL) foram mantidos lisos, sobre a superfície dos discos foi aplicado o sistema adesivo P90, primeiramente o adesivo hidrófobo (SAS – B) seguido do *primer* (SAS – P), e em seguida, foi feita a cimentação com o cimento resinoso (ARC) dos dois discos formando um “sanduíche”.

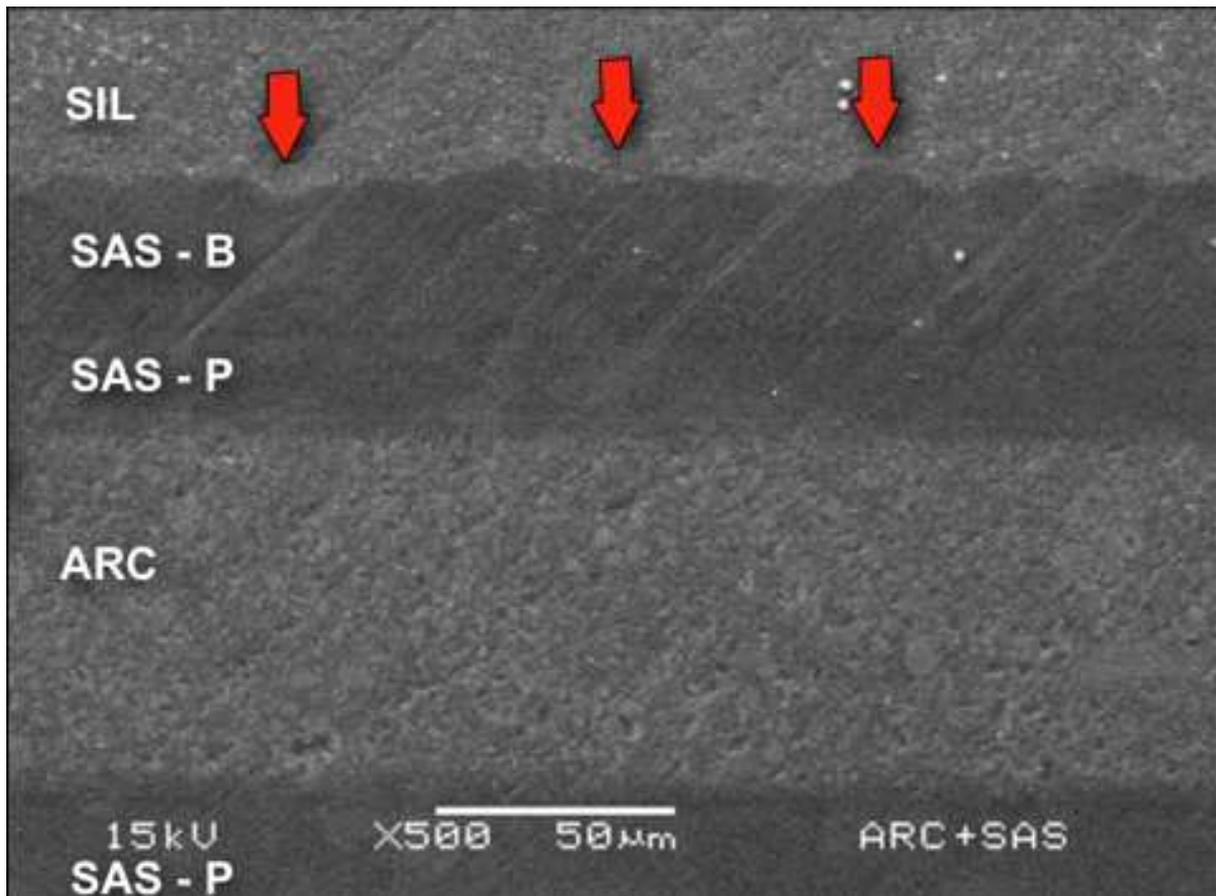


Figura 33: Fotografia em MEV da interface de união do G6: os discos de resina à base de silorano (SIL) foram tratados com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação do sistema adesivo P90, primeiramente o adesivo hidrófobo (SAS – B) seguido da aplicação do *primer* (SAS –P), e cimentação com cimento resinoso (ARC) formando um “sanduíche”. As irregularidades provenientes da asperização da superfície estão indicadas pelas setas vermelhas.

6. DISCUSSÃO

O presente estudo avaliou a relação entre a resina à base de silorano com materiais à base de metacrilato, considerando que a interação química da superfície do material à base de silorano com a resina à base de metacrilato é pouco conhecida.

Com o intuito de entender esta relação foram testados 6 grupos dispostos da seguinte maneira: cimentação com sistema adesivo à base de metacrilato e cimento resinoso sem (G1) e com (G2) tratamento de superfície com partículas de óxido de alumínio, cimentação com cimento resinoso autoadesivo sem (G3) e com (G4) tratamento de superfície e cimentação com sistema adesivo da resina P90 e cimento resinoso sem (G5) e com (G6) tratamento de superfície.

Uma das variáveis testada foi a ausência (G1) e presença (G2) de tratamento de superfície com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação de sistema adesivo à base de metacrilato e cimentação com cimento resinoso. Buscando somente a interação química, as superfícies sem tratamento não foram submetidas aos procedimentos de acabamento e polimento, permanecendo extremamente lisas devido à utilização de matriz de poliéster durante a confecção das mesmas. O grupo sem qualquer tratamento de superfície não resistiu aos procedimentos de corte para a aquisição das amostras em formas de palitos, por isso, foi considerado valor nulo de resistência de união.

Embora não fosse possível submeter as amostras em forma de palitos do G1 ao teste de microtração, as amostras obtidas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) para o entendimento da interação entre as superfícies. Foi observado que houve, na totalidade, falha adesiva entre o sistema adesivo à base de metacrilato e a superfície da resina à base de silorano. Foi possível observar, na topografia da superfície das amostras fraturadas homólogas, a falta de interação e a regularidade da superfície da resina composta à base de silorano em uma das amostras e da superfície do sistema adesivo na amostra homóloga.

Comparando os valores de resistência de união do G1 com os demais grupos que tiveram suas superfícies tratadas, este foi estatisticamente inferior aos valores encontrados pelo grupo cimentado com o cimento resinoso autoadesivo e pelo grupo cimentado com a combinação de sistema adesivo da resina P90 e cimento resinoso.

Os resultados encontrados neste grupo são semelhantes aos observados por Giachetti *et al.*, em 2012, que constataram que a aplicação de uma camada de sistema adesivo à base de metacrilato não favorece a união entre resina à base de metacrilato e resina à base de silorano após o envelhecimento artificial. Os referidos autores observaram que a interface silorano-metacrilato apresentou valor de resistência de união ao cisalhamento inferior e estatisticamente diferente das interfaces metacrilato-metacrilato e silorano-silorano. Além disto, foram observadas falhas adesivas entre metacrilato e silorano, sendo que grande incidência destas falhas ocorreu durante o manuseio das amostras, o que corrobora com os resultados encontrados neste estudo. Um dos fatores da falha prematura das amostras do grupo 1 está associado aos procedimentos de corte realizados para a aquisição das amostras em forma de palitos.

O teste de microtração foi o escolhido como metodologia neste estudo por apresentar distribuição homogênea das tensões devido a redução da área da interface analisada (Sano *et al.*, 1994). Em contrapartida, os passos de corte das amostras podem gerar vibrações que resultam em falhas prematuras, especialmente nos casos com valores de resistência de união próximo de 5 a 7 MPa (Pashley *et al.*, 1995). Nos casos de valores de resistência de união relativamente baixos, o teste de microcisalhamento é o mais indicado (Shono *et al.*, 1999, Tay *et al.*, 2000 e Bouillaguet *et al.*, 2001).

Para a interface formada entre silorano e metacrilato, Giachetti *et al.*, em 2012, encontraram o valor de 0,4 (0,1) MPa no teste de microcisalhamento, com grande quantidade de falhas prematuras das amostras, os autores ressaltam que este valor foi conseguido devido à utilização do teste de microcisalhamento (Giachetti *et al.*, 2012). Outro estudo, realizado por Palasuk *et al.*, em 2012, encontraram valores de resistência de união superiores ao

encontrado no presente estudo para os grupos sem tratamento de superfície, porém, avaliando os padrões de fratura em MEV, os autores puderam concluir que o padrão de superfície dos grupos que não deveriam apresentar retenções mecânicas mostravam padrões de rugosidade superficial semelhante aos apresentados pelos grupos com asperização com brocas diamantadas. Foi explicado que tal observação aconteceu devido aos passos de acabamento e polimento das amostras estudadas (Palasuk *et al.*, 2012). Estes achados diferem dos encontrados neste estudo, entretanto, a asperização causada pelos passos de acabamento e polimento resulta em aumento da resistência de união devido à criação de retenções mecânicas.

Assim, os resultados obtidos para o grupo sem tratamento de superfície sugerem que não há união química entre resina à base de silorano e materiais à base de metacrilato.

Já o grupo com tratamento de superfície (G2) seguido da aplicação de sistema adesivo à base de metacrilato e cimentado com cimento resinoso apresentou valores de resistência de união de 47,96 (9,12)MPa, e apresentou valor de resistência de união superior e estatisticamente diferente do grupo cimentado com os mesmos materiais sem tratamento de superfície. Quando este grupo é comparado aos demais grupos com tratamento de superfície (G4 - grupo com tratamento de superfície e cimentado com cimento resinoso autoadesivo e G6 - grupo com tratamento de superfície seguido da aplicação de sistema adesivo da resina P90 e cimentado com cimento resinoso dual) é possível observar valor de resistência de união inferior, porém, sem diferença estatística dos demais.

Tendo em vista que todas as amostras fraturaram prematuramente pode-se supor que não haja união entre os monômeros de metacrilato e monômeros de silorano, e que o valor de resistência de união obtido pelo G2 é consequência somente da retenção mecânica das irregularidades superficiais criadas pelo processo de asperização. O aumento da resistência de união através da asperização é bastante significativo, e isso pode ser observado, pela grande incidência de falhas coesivas (aproximadamente 93%) entre falhas coesivas no cimento (84%) e falhas coesivas no silorano (9,34%). Esta

observação corrobora com os relatos encontrados na literatura, nos quais é reconhecido o benefício do tratamento de superfície através da asperização no aumento da longevidade de peças indiretas (Rochette, 1973 e Shortall *et al.*, 1996). A asperização da superfície da resina composta com partículas de óxido de alumínio (jateamento) remove parte da matriz orgânica e expõe partículas de carga criando uma área porosa (Swift *et al.*, 1992) e foi o tratamento com maior resistência de união encontrado no estudo de Shortall *et al.*, em 1996. Há um consenso na literatura a respeito de reparos realizados em restaurações pré-existentes, pois, a retenção nestes casos é mais decorrente da retenção micromecânica do que da união química entre os grupamentos superficiais, entretanto, a união química não pode ser menosprezada (Frankenberger *et al.*, 2003, Rathke *et al.*, 2009 e Yesilyurt *et al.*, 2009). Por isso, o jateamento foi o tratamento de eleição para aplicação neste estudo.

Os resultados obtidos pelo presente estudo apresentam compatibilidade com os relatos encontrados na literatura, que correlacionam o efeito da asperização da superfície da resina P90 ao aumento na resistência de união da resina à base de silorano (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008, Lührs *et al.*, 2011, Giachetti *et al.*, 2012 e Mobarak & El-Deeb, 2012 Wiegand *et al.*, 2012). Além disto, quando comparado a outros protocolos de reparo, aplicação de ácido fluorídrico, asperização com brocas, asperização com partículas de óxido de alumínio e ausência de tratamento, o jateamento foi o tratamento que apresentou melhor desempenho, adquirindo união semelhante à resistência coesiva do silorano (Palasuk *et al.*, 2012). Em MEV foi observado que o processo mecânico resultou em maior rugosidade superficial comparado aos demais tratamentos (Palasuk *et al.*, 2012). Esta alta rugosidade, adquirida pela asperização através do jateamento, é responsável pela característica micro retentiva e aumento da área disponível para a união (Rodrigues *et al.*, 2009 e Costa *et al.*, 2010). Em adição, a alta rugosidade superficial está diretamente relacionada à alta dureza da resina composta, desta forma, compósitos com maior dureza tendem a apresentar maior rugosidade superficial (Jefferies, 1998). A resina à base de silorano apresenta dureza Knoop superior à apresentada pela resina à base de metacrilato devido à composição da matriz

orgânica e conteúdo de partículas inorgânicas de quartzo e fluoreto de ítrio (Guiraldo *et al.*, 2010).

Assim, quando há suspeita de ausência de união, conforme apresentado pelo G1, a retenção mecânica adquirida pelo processo de jateamento poderia ser capaz de suplantar a falta de união química, conforme observado no G2. Este dado é especialmente importante para o clínico, pois, em muitos casos, não é possível distinguir se uma restauração pré-existente foi confeccionada com material restaurador à base de metacrilato ou à base de silorano.

Os valores obtidos pelos grupos cimentados com o cimento resinoso autoadesivo foram 50,37 (8,63)MPa, no grupo sem jateamento (G3), e 57,07 (12,01)MPa, no grupo com jateamento (G4). O fato dos dois grupos não apresentarem diferenças estatísticas evidencia a união química entre os dois materiais. Avaliando o padrão de fratura das amostras em MEV foi possível observar que o grupo sem tratamento de superfície apresentou, aproximadamente 50% das fraturas coesivas dentre fraturas coesivas no cimento (24%) e fraturas coesivas no silorano (26,66%), enquanto o grupo com tratamento de superfície apresentou maior incidência de falhas coesivas (aproximadamente 66%) dentre fraturas coesivas no cimento (42,66%) e fraturas coesivas no silorano (24%).

Como não foi feita a aplicação de nenhum sistema adesivo pode-se admitir que houvesse interação química entre a resina à base de silorano e cimento resinoso autoadesivo. O grupamento fosfatado presente neste cimento estabelece uma ligação iônica com o anel benzênico do silorano, reação química esta, denominada substituição nucleofílica, forma um diéster do ácido fosfórico e nenhum subproduto (Domingos *et al.*, 2003). Esta interação química está apresentada esquematicamente na figura 34 (Oliver Kappler - informação pessoal, 2009).

Chemical link of Phosphoric Acid Esters to Silorane Resin

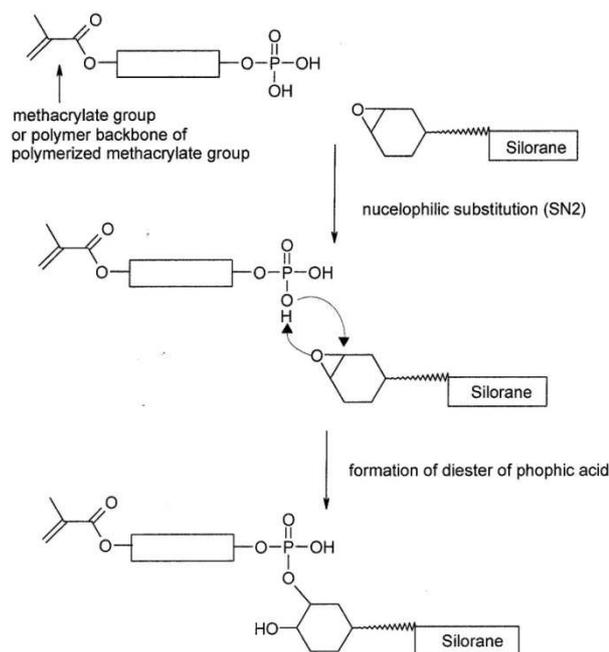


Figura 34: ilustração esquemática da reação química formada entre a superfície da resina composta à base de silorano e materiais odontológicos com grupamentos fosfatados (informação pessoal (2009) – Oliver Kappler).

A união química entre os materiais também pode ser observada nos grupos cimentados com a combinação do sistema adesivo da resina à base de silorano e cimento resinoso. Os valores obtidos nos grupos sem tratamento (G5) e com tratamento de superfície (G6) são 70,74 (9,18)MPa e 59,24 (9,91)MPa, respectivamente, os quais não apresentaram diferenças estatísticas. Apesar do grupo sem tratamento de superfície apresentar valor superior ao grupo com tratamento de superfície, não houve diferença estatística entre os resultados obtidos. Entretanto, observando o padrão de fratura é possível detectar que a maior incidência de fraturas no grupo sem tratamento foram falhas adesivas (72%), enquanto o grupo com tratamento apresentou maior incidência de falhas coesivas no cimento (72%), o que indica que não foi mensurado o valor verdadeiro da resistência da união do grupo

com tratamento de superfície, em concordância com os achados de Lührs *et al.*, em 2011, que observaram aumento na incidência de falhas coesivas no grupo com jateamento.

O fato dos dois grupos não apresentarem diferenças estatísticas evidencia fortemente que foi estabelecida a união química entre o sistema adesivo da resina P90 e a superfície da resina à base de silorano. Este sistema adesivo não contém silorano em sua composição, trata-se de um sistema adesivo à base de metacrilato fosfatado disposto em 2 frascos: um *primer* autocondicionante com solvente à base de água e etanol e um adesivo hidrófobo.

Tendo em vista que ambos os frascos do adesivo da resina à base de silorano contém monômeros fosfatados em sua composição (perfil técnico do produto – Filtek LS) e que a resina composta à base de silorano apresenta alta hidrofobia, decidiu-se aplicar o adesivo hidrófobo como primeira camada, com aplicação subsequente do *primer*. O *primer* apresenta maior hidrofilia, pois idealmente, sua aplicação sobre o substrato dental faz a transição de um meio hidrófilo para um composto sólido e hidrófobo denominado camada híbrida (Nakabayashi *et al.*, 1982).

Os resultados obtidos por este estudo estão em concordância com os achados de Lührs *et al.*, em 2011, que observaram maiores valores de resistência de união dos grupos com aplicação do adesivo hidrófobo do que os grupos nos quais foi aplicado o *primer* seguido de adesivo hidrófobo. Estes autores concluíram que a aplicação do *primer* na superfície da resina composta à base de silorano pode interferir negativamente nos valores obtidos de resistência de união. Além disto, os protocolos de aplicação utilizando somente o adesivo hidrófobo ou o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica seguido da aplicação de adesivo hidrófobo resultam em valores de resistência de união sem diferenças estatísticas da resistência coesiva do silorano.

Os resultados encontrados neste estudo corroboram com os achados de Tezvergil-Mutluay *et al.*, publicado em 2008, nos quais foi observado um aumento significativo na união de incrementos de resina à base de silorano

quando foi utilizado o sistema adesivo da resina P90. Diferentemente do que acontecia quando era aplicado um sistema de união à base de metacrilato ou mesmo quando a resina de metacrilato era aplicada sobre a resina à base de silorano. Pode-se admitir a ocorrência de união química entre os dois materiais, em concordância com a reação sugerida pelos autores acima citados e comprovada através da informação pessoal (Oliver Kappler, 2009).

Os resultados deste estudo indicam que quando o cimento utilizado for à base de metacrilato sem grupamentos fosfatados, é indispensável a asperização com partículas de óxido de alumínio para a obtenção de valores de resistência de união satisfatória. Entretanto, a utilização do cimento resinoso autoadesivo sem tratamento de superfície parece ser o protocolo clínico mais adequado tendo em vista a simplificação de passos clínicos durante a cimentação de restaurações indiretas.

7. CONCLUSÃO

A partir dos resultados encontrados neste estudo pode-se concluir que:

1. O tratamento da superfície da resina à base de silorano não influenciou na resistência de união de materiais resinosos contendo grupos funcionais fosfatados (Unicem e adesivo da resina de silorano).
2. A resina à base de silorano não apresentou interação com o cimento resinoso convencional à base de metacrilato, exceto após tratamento de superfície.
3. O sistema adesivo da resina à base de silorano usado com o cimento resinoso convencional apresentou resistência de união estatisticamente superior quando comparado ao cimento autoadesivo aplicado sobre a resina à base de silorano sem tratamento
4. O tratamento de superfície da resina à base de silorano resultou em maior percentual de fraturas do tipo coesiva no cimento independente do material cimentante. Nos grupos que não receberam o jateamento ocorreram fraturas mistas envolvendo cimento, adesivo e resina à base de silorano.
5. O tratamento com jateamento com óxido de alumínio produziu irregularidades na superfície da resina à base de silorano.

REFERÊNCIAS

3M ESPE. RelyX Unicem – Self-adhesive universal resin cement. **Technical data sheet: Espertise RelyX Unicem**. 2002.

3M ESPE. Filtek LS – Silorane based resin. **Technical data sheet: Espertise Filtek LS**. 2007.

Alomari QD, Reinhardt JW, Boyer DB. Effect of liners on cusp deflection and gap formation in composite restorations. **Oper Dent**. 2001 Jul-Aug; 26(4): 406-11.

Andrzejewska E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. **Prog Polym**. 2001; 26: 605-65

Anusavice KJ. **Phillips Materiais Dentários**. 11^a ed., 2005.

Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Piotrowski TJ. Tensile fatigue limits of prosthodontic adhesives. **J Dent Res**. 1991 Mar; 70(3): 208-10.

Arocha MA, Mayoral JR, Lefever D, Mercade M, Basilio J, Roig M. Color stability of siloranes versus methacrylate-based composites after immersion in staining solutions. **Clin Oral Investig**. 2012 Sep 20.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. **Dent Mater**. 1998; 14: 51-6.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. **Eur J Oral Sci**. 2001 Aug; 109(4): 282-5.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Two-step curing: influence on conversion and softening of a dental polymer. **Dent Mater**. 2003 Sep; 19(6): 466-70.

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

Ausiello P, Rengo S, Davidson CL, Watts DC. Stress distributions in adhesively cemented ceramic and resin-composite Class II inlay restorations: a 3D-FEA study. **Dent Mater**. 2004 Nov; 20(9): 862-72.

Bansal K, Acharya SR, Saraswathi V. Effect of alcoholic and non-alcoholic beverages on color stability and surface roughness of resin composites: An in vitro study. **J Conserv Dent**. 2012 Jul; 15(3): 283-8.

Baur V, Ilie N. Repair of dental resin-based composites. **Clin Oral Investig**. 2012; Apr 11.

Black MA, Bayne SC, Peterson CA. Effect of power toothbrushing on simulated

wear of dental cement margins. **J Dent Hyg.** 2007 Fall; 81(4): 79.

Bogra P, Gupta S, Kumar S. Comparative evaluation of microleakage in class II cavities restored with Ceram X and Filtek P-90: an *in vitro* study. **Contemp Clin Dent.** 2012; 3(1): 9-14.

Bouillaguet S, Ciucchi B, Jacoby T, Wataha JC, Pashley D. Bonding characteristics to dentin walls of class II cavities, *in vitro*. **Dent Mater.** 2001 Jul; 17(4): 316-21.

Bouillaguet S, Gamba J, Forchelet J, Krejci I, Wataha JC. Dynamics of composite polymerization mediates the development of cuspal strain. **Dent Mater.** 2006 Oct; 22(10): 896-902.

Bowen RL. Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of a reaction product of bisphenol and glycidyl methacrylate. **US Patent** 3, 006, 112, 1962.

Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **J Am Dent Assoc.** 1963 Jan; 66: 57-64.

Braga RR, Condon JR, Ferracane JL. *In vitro* wear simulation measurements of composite versus resin-modified glass ionomer luting cements for all-ceramic restorations. **J Esthet Restor Dent.** 2002; 14(6): 368-76.

Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. **Dent Mater.** 2005 Oct; 21(10): 962-70.

Bürgers R, Schneider-Brachert W, Rosentrit M, Handel G, Hahnel S. Candida albicans adhesion to composite resin materials. **Clin Oral Invest.** 2009; 13(3): 293-9.

Burke FJ, Watts DC. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns. **Quintessence Int.** 1994 May; 25(5): 335-40.

Burke FJ, Fleming GJ, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. **J Adhes Dent.** 2002 Spring; 4(1): 7-22.

Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. **Dent Mater.** 1993 Jul; 9(4): 218-21.

Cadenaro M, Marchesi G, Antonioli F, Davidson C, De Stefano Dorigo E, Breschi L. Flowability of composites is no guarantee for contraction stress reduction. **Dent Mater.** 2009 May; 25(5): 649-54.

Cara RR, Fleming GJ, Palin WM, Walmsley AD, Burke FJ. Cuspal deflection and microleakage in premolar teeth restored with resin-based composites with and without an intermediary flowable layer. **J Dent.** 2007 Jun; 35(6): 482-9.

Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater.** 1998 Nov; 14(6): 394-8.

Causton BE, Miller B, Sefton J, "The deformation of cusps by bonded posterior composite restorations: an in vitro study". **British Dent J.** 1985; 159 (12): 397-400.

Cook WD, Beech DR, Tyas MJ. Resin-based restorative materials-a review. **Aust Dent J.** 1984 Oct; 29(5): 291-5.

Cook, WD. Thermal aspects of the kinetics of dimethacrylate photopolymerization. **Polymer** 1992; 33 (10): 2152-61.

Costa TR, Ferreira SQ, Klein-Júnior CA, Loguercio AD, Reis A. Durability of surface treatments and intermediate agents used for repair of a polished composite. **Oper Dent.** 2010 Mar-Apr; 35(2): 231-7.

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

Diaz-Arnold AM, Aquilino SA. An evaluation of the bond strengths of four organosilane materials in response to thermal stress. **J Prosthet Dent.** 1989 Sep; 62(3): 257-60.

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

Dietschi D, Maeder M, Meyer JM, Holz J. In vitro resistance to fracture of porcelain inlays bonded to tooth. **Quintessence Int.** 1990.

Domingos JB, et al., 2003. The chemistry of phosphate esters. **Quimica Nova.** 26 (5), 745-53.

Eick JD, Kostoryz EL, Rozzi SM, Jacobs DW, Oxman JD, Chappelow CC, Glaros AG, Yourtee DM. In vitro biocompatibility of oxirane/polyol dental composites with promising physical properties. **Dent Mater.** 2002 Jul; 18(5): 413-21.

Eick JD, Smith RE, Pinzino CS, Kostoryz E,L. Stability of silorane dental monomers in aqueous systems. **J Dent.** 2006; 34: 405-10.

Eick JD, Kotha SP, Chappelow CC, Kilway KV, Giese GJ, Glaros AG, Pinzino CS. Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. **Dent Mater.** 2007 Aug; 23(8): 1011-7.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Setting stresses in composites for two different curing modes. **Dent Mater.** 1993 Jan; 9(1): 2-5.

Feilzer AJ, Dooren LH, de Gee AJ, Davidson CL. Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface. **Eur J Oral Sci.** 1995 Oct; 103(5): 322-6.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. **J Biomed Mater Res.** 1986 Jan; 20(1): 121-31.

Ferracane JL, Hilton TJ, Sakaguchi RL. Introduction to and outcomes of the conference on adhesion in dentistry. *Dent Mater.* 2010 Feb; 26(2): 105-7.

Ferrari M, Garcia-Godoy F. Sealing ability of new generation adhesive-restorative materials placed on vital teeth. *Am J Dent.* 2002; 15-2: 117-28.

Foster J, Walker RJ. Dental filling materials. US Patent Office, No 3, 825, 518, 1974.

Frankenberger R, Krämer N, Ebert J, Lohbauer U, Käppel S, ten Weges S, Petschelt A. Fatigue behavior of the resin-resin bond of partially replaced resin-based composite restorations. *Am J Dent.* 2003 Feb; 16(1): 17-22.

Furuse AY, Gordon K, Rodrigues FP, Silikas N, Watts DC. Colour-stability and gloss-retention of silorane and dimethacrylate composites with accelerated aging. **J Dent.** 2008; 36: 945-52.

Gerth HU, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding reaction of ReliX Unicem and Bifix composites-A comparative study. **Dent Mater.** 2006; 22: 934-41.

Giachetti L, Scaminaci Russo D, Baldini M, Goracci C, Ferrari M. Reparability of aged silorane with methacrylate-based resin composite: micro-shear bond strength and scanning electron microscopy evaluation. **Oper Dent.** 2012 Jan-Feb; 37(1): 28-36.

Guggenberger R, Weinmann W. Exploring beyond methacrylates. **Am J Dent.** 2000 Nov; 13(Spec No): 82D-84D.

Guiraldo RD, Consani S, Consani RL, Berger SB, Mendes WB, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Comparison of silorane and methacrylate-based composite resins on the curing light transmission. **Braz Dent J.** 2010; 21(6): 538-42.

Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okiji T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. **Dent Mater J.** 2007 Nov; 26(6): 906-14.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. **Am J Dent.** 2001 Dec; 14(6): 355-60.

Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. **Dent Mater.** 2007 Jan; 23(1): 71-80.

Hill EE. Dental cements for definitive luting: a review and practical clinical considerations. **Dent Clin North Am.** 2007 Jul; 51(3): 643-58.

Hill EE, Lott J. A clinically focused discussion of luting materials. **Aust Dent J.** 2011; 56: (1 Suppl): 67-76.

ISO 4049. Dentistry - Resin based filling materials. 2000.

Jefferies SR. The art and science of abrasive finishing and polishing in restorative dentistry. **Dent Clin North Am.** 1998 Oct; 42(4): 613-27.

Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. **Am J Dent.** 2000 Nov; 13(Spec No): 60D-76D.

Kuroe T, Tachibana K, Tanino Y, Satoh N, Ohata N, Sano H, Inoue N, Caputo AA. Contraction stress of composite resin build-up procedures for pulpless molars. **J Adhes Dent.** 2003 Spring; 5(1): 71-7.

Kwong SM, Cheung GS, Kei LH, Itthagaran A, Smales RJ, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. **Dent Mater.** 2002 Jul; 18(5): 359-69.

Lambrechts P, Willems G, Vanherle G, Braem M. Aesthetic limits of light-cured composite resins in anterior teeth. **Int Dent J.** 1990 Jun; 40(3): 149-58.

Lin CP, Douglas WH. Failure mechanisms at the human dentin-resin interface: a fracture mechanics approach. **J Biomechanics.** 1994; 8: 1037-47.

Loshaek S and Fox TG. Cross-linked polymers. I. Factors influencing the efficiency of cross-linking in copolymers of methyl methacrylate and glycol dimethacrylates **J Am Chem Society.** 1953; 75(14): 3544-50.

Lühns AK, Görmann B, Jacker-Guhr S, Geurtsen W. Repairability of dental siloranes in vitro. **Dent Mater.** 2011; 27: 144-9.

Mak YF, Lai SC, Cheung GS, Chan AW, Tay F R, Pashley D H. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect composite. **Dent Mater.** 2002; 18: 609-21.

Maneenut C, Sakoolnamarka R, Tyas MJ. The repair potential of resin composite materials. **Dent Mater.** 2011 Feb; 27(2): e20-7.

Manhart J, Scheibenbogen-Fuchsbrunner A, Chen HY, Hickel R. A 2-year clinical study of composite and ceramic inlays. **Clin Oral Invest.** 2000; 4: 192-8.

McCulloch AJ & Smith G, "In vitro studies of cuspal movement produced by adhesive restorative materials". **British Dent J** 1986; 161(11): 405–9.

Meredith N, Setchell DJ, "In vitro measurement of cuspal strain and displacement in composite restored teeth," **Journal of Dentistry**. 1997; 25 (3-4): 331–7.

Michelini FS, Belser UC, Scherrer SS, De Rijk WG. Tensile bond strength of gold and porcelain inlays to extracted teeth using three cements. **Int J Prosthodont**. 1995 Jul-Aug; 8(4): 324-31.

Mitchell CA, Abbariki M, Orr JF. The influence of luting cement on the probabilities of survival and modes of failure of cast full-coverage crowns. **Dent Mater**. 2000 May; 16(3): 198-206.

Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. **JADA**. 2003; 134: 1382-90.

Mobarak E, El-Deeb H. Two-year interfacial bond durability and nanoleakage of repaired silorane-based resin composite. **Oper Dent**. 2012 Oct 30; 38(3): 000-000.

Munehika T, Suzuki K, Nishiyama M, Ohashi M, Horie K. A comparison of the tensile bond strengths of composite resins to longitudinal and transverse sections of enamel prisms in human teeth. **J Dent Res**. 1984 Aug; 63(8): 1079-82.

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

Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. **J Dent Res**. 1995 Oct; 74(10): 1679-88.

Navarra CO, Cadenaro M, Armstrong SR, Jessop J, Antonioli F, Sergo V, Di Lenarda R, Breschi L. Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE Bond within the hybrid and adhesive layer: an in situ Raman analysis. **Dent Mater**. 2009 Sep; 25(9): 1178-85.

Nikolaenko SA, Lohbauer U, Roggendorf M, Petschelt A, Dasch W, Frankenberger R. Influence of c-factor and layering technique on microtensile bond strength to dentin. **Dent Mater**. 2004 Jul; 20(6): 579-85.

Palasuk J, Platt J, Cho S, Levon J, Brown D, Hovijitra S. Effect of surface treatments on microtensile bond strength of repaired aged silorane resin composite. **Oper Dent**. 2012 Jul 25; 37(5): 000-000.

Papadogiannis D, Kakaboura A, Palaghias G, Eliades G. Setting characteristics

and cavity adaptation of low-shrinking resin composites. **Dent Mater.** 2009 Dec; 25(12): 1509-16.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater.** 1995 Mar; 11(2): 117-25.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent.** 1999 Winter; 1(4): 299-309.

Pashley DH, Swift EJ Jr. Dentin bonding. **J Esthet Restor Dent.** 2008; 20(3): 153-4.

Palin WM, Fleming GJ, Nathwani H, Burke FJ, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. **Dent Mater.** 2005 Apr; 21(4): 324-35.

Pearson GJ, Hegarty SM. Cusp movement in molar teeth using dentine adhesives and composite filling materials. **Biomaterials.** 1987 Nov; 8(6): 473-6.

Pegoraro TA, da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. **Dent Clin N Am.** 2007; 51: 453-71.

Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. **J Dent.** 2000 Mar; 28(3): 163-77.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Eur J. Oral Sci.** 1997; 105: 97-116.

Peutzfeldt A, Asmussen E. Investigations on polymer structure of dental resinous materials. **Trans Acad Dent Mater.** 2004; 18: 81-104.

Phillips RW. Era of new biomaterials in esthetic dentistry. **J Am Dent Assoc.** 1987; Dec; Spec: 7E-12E.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater.** 1998a Mar; 14(2): 120-8.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater.** 1998b Jun; 14(3): 212-21.

Piwowarczyk A, Lauer HC. Mechanical properties of luting cements after water storage. **Oper Dent.** 2003 Sep-Oct; 28(5): 535-42.

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

Poggio C, Lombardini M, Gaviati S, Chiesa M. Evaluation of Vickers hardness and depth of cure of six composite resins photo- activated with different polymerization modes. **J Conserv Dent.** 2012 Jul-Sep; 15(3): 237–241.

Popoff D, Rosa TS, Ferreira R, Magalhães C, Moreira A, Mjör Ia. Repair of dimethacrylate-based composite restorations by a silorane-based composite: a one-year randomized clinical trial. **Oper Dent.** 2012 Sep-Oct; 37(5): E1-E10.

Rathke A, Tymina Y, Haller B. Effect of different surface treatments on the composite-composite repair bond strength. **Clin Oral Investig.** 2009 Sep; 13(3): 317-23.

Reis A. **Materiais Dentários Diretos – dos Fundamentos à Aplicação Clínica.** Editora Santos, 2007. Cap. 5 p. 137-80.

Rochette AL. Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. **J Prosthet Dent.** 1973 Oct; 30(4 Pt 1): 418-23.

Rodrigues SA Jr, Ferracane JL, Della Bona A. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. **Dent Mater.** 2009 Apr; 25(4): 442-51.

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

Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. **J Dent Res.** 1994 Jun; 73(6): 1205-11.

Sauro S, Pashley DH, Mannocci F, Tay FR, Pilecki P, Sherriff M, Watson TF. Micropermeability of current self-etching and etch-and-rinse adhesives bonded to deep dentine: a comparison study using a double-staining/confocal microscopy technique. **Eur J Oral Sci.** 2008 Apr; 116(2): 184-93.

Schneider LF, Cavalcante LM, Silikas N. Shrinkage stresses generated during resin-composite applications: A Review. **J Dent Biomech.** 2010 Article ID 131630: 1-14.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mater.** 1998 Jun; 14(3): 194-201.

Shawkat ES, Shortall AC, Addison O, Palin WM. Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. **Dent Mater.** 2009 Nov; 25(11): 1338-46.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res.** 1999 Feb; 78(2): 699-705.

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

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomater.** 2002 Apr; 23(8): 1819-29.

Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. **Dent Mater.** 2000 Jul; 16(4): 292-6.

Stansbury JW, Dickens SH. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dent Mater.** 2001 Jan; 17(1): 71-9.

St Georges AJ, Wilder AD Jr, Perdigão J, Swift EJ Jr. Microleakage of Class V composites using different placement and curing techniques: an in vitro study. **Am J Dent.** 2002 Aug; 15(4): 244-7.

Stokes AN, Hood JA. Influence of casting procedure on silver-palladium endodontic posts. **J Dent.** 1989 Dec; 17(6): 305-7.

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

Tay FR, Carvalho R, Sano H, Pashley DH. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. **J Adhes Dent.** 2000 Summer; 2(2): 99-116.

Tezvergil A, Lassila LVJ, Vallittu PK . Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. **J Dent.** 2003; 31: 521-525.

Tezvergil-Mutlauray A, Lassila LV, Vallittu PK. Incremental layers bonding of silorane composite: The initial bonding properties. **J Dent.** 2008; 36(7): 560-3.

Tobolsky AV, Leonard F, and Roeser GP. Use of polymerizable ring compounds in constant volume polymerizations. **J Polym Sci.** 1948; 3: 604-6.

Uno S, Asmussen E. Marginal adaptation of restorative resin polymerized at reduced rate. **Scand J Dent Res.** 1991; 99(5): 440-4.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. **Oper Dent.** Supplement 6 2001; 119-44.

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

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. **J Dent.** 1989 Apr; 17(2): 61-7.

Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1991 May; 70(5): 889-93.

Van Noort R. **Introduction to Dental Materials.** London: Mosby, 1994, Section II, p. 89-105.

Vaz RR, Hipólito VD, D'Alpino PH, Goes MF. Bond strength and interfacial micromorphology of etch-and-rinse and self-adhesive resin cements to dentin. **J Prosthodont.** 2012 Feb; 21(2): 101-11.

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

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? **J Dent Res.** 1997 Jun; 76(6): 1298-307.

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

Watanabe F, Powers JM, Lorey RE. In vitro bonding of prosthodontic adhesives to dental alloys. **J Dent Res.** 1988 Feb; 67(2): 479-83.

Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. **Dent Mater.** 2005; 21: 68-74.

Wiegand A, Stawarczyk B, Buchalla W, Tauböck TT, Özcan M, Attin T. Repair of silorane composite--using the same substrate or a methacrylate-based composite? **Dent Mater.** 2012 Mar; 28(3): e19-25.

Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. **Dent Mater.** 1992 Sep;8 (5): 310-9.

Yesilyurt C, Kusgoz A, Bayram M, Ulker M. Initial repair bond strength of a nano-filled hybrid resin: effect of surface treatments and bonding agents. **J Esthet Restor Dent.** 2009; 21(4): 251-60.

Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. **J Dent Res.** 1999 Apr; 78(4): 898-905.

Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Horner JA, Brewer PD, Pashley DH. Regional bond strengths of resins to human root dentine. **J Dent.** 1996 Nov; 24(6): 435-42.

Yu H, Wegehaupt FJ, Wiegand A, Roos M, Attin T, Buchalla W. Erosion and abrasion of tooth-colored restorative materials and human enamel. **J Dent.** 2009 Dec; 37(12): 913-22.

APÊNDICE

Os apêndices a seguir mostram a Análise estatística do teste de microtração, considerando os parâmetros: Material e Tratamento (com e sem), com observações não transformadas e nomes dos fatores (Fator A= Material e Fator B = Tratamento).

Apêndice 1: Análise de variância

Causas da variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Material	3	11768.9558088	3922.9852696	41.6885	0.00001
Tratamento	1	888.1193694	888.1193694	9.4378	0.00452
Mat*Trat	3	5377.5884899	1792.5294966	19.0487	0.00001
Resíduo	32	3011.2744100	1792.5294966		
Total	39	21045.9380780			

Média geral = 42.739498

Coefficiente de variação = 22.697 %

Apêndice 2: Teste de Tukey para as médias de material

Num. de ordem	Num. tratam ento	Nome	Num. de repeti ções	Médias	Médias originais	5%	1%
1	3	ARC+ADES	10	64.988000	64.988000	a	A
2	2	UNICEM	10	53720001	53720001	a	A
3	1	ARC	10	23.975000	23.975000	b	B

Médias seguidas por letras diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S 5% = 11.77349

D.M.S 1% = 14.66318

Apêndice 3: Teste de Tukey para as médias de material dentro de sem jateamento do fator tratamento =

Num. de ordem	Num. tratam ento	Nome	Num. de repeti ções	Médias	Médias originais	5%	1%
1	3	ARC+ADES	5	70.738000	70.738000	a	A
2	2	UNICEM	5	50.366003	50.366003	b	A
3	1	ARC	5	0.000000	0.000000	d	B

Apêndice 4: Teste de Tukey para as médias de material dentro de com jateamento do fator tratamento

Num. de ordem	Num. tratamento	Nome	Num. de repetições	Médias	Médias originais	5%	1%
1	4	ARC*ADS	5	59.238000	59.238000	a	A
2	2	UNICEM	5	57.073999	57.073999	a	A
3	1	ARC	5	47.950000	47.950000	a	A

Médias seguidas por letras diferem entre si ao nível de significância indicado.
D.M.S 5% = 16.65023 - D.M.S 1% = 20.73686

Apêndice 5: Teste de Tukey para médias de tratamento

Num. de ordem	Num. tratamento	Nome	Num. de repetições	Médias	Médias originais	5%	1%
1	2	Com jateamento	20	47.451500	47.451500	a	A
2	1	Sem jateamento	20	38.0275501	38.0275501	b	B

Médias seguidas por letras diferem entre si ao nível de significância indicado.
D.M.S 5% = 6.25577 - D.M.S 1% = 8.40754

Apêndice 6: Teste de Tukey para médias de tratamento dentro de ARC do fator material

Num. de ordem	Num. tratamento	Nome	Num. de repetições	Médias	Médias originais	5%	1%
1	2	Com jateamento	5	47.950000	47.950000	a	A
2	1	Sem jateamento	5	0.000000	0.000000	b	B

Apêndice 9: Análise fixando o nível ARC do fator material e nível sem jateamento do fator tratamento

Estatísticas	MPA
Num. Obs.	5
Valor mín.	0.000000
Valor Max.	0.000000
Amplitude	0.000000
Total	0.000000
Média	0.000000
Variância	0.000000
D. Padrão	0.000000
D.P. Média	0.000000
Coef. Var. %	0.000000
Coef. Assim.	0.000000
Coef. Curt.	0.000000
Mediana	0.000000
Quartil Inf.	0.000000
Quartil Sup.	0.000000
IC 5 % L.S.	0.000000
IC 5 % L.I.	0.000000
IC 1 % L.S.	0.000000
IC 1 % L.I.	0.000000

Apêndice 10: Análise fixando o nível ARC do fator material e nível com jateamento do fator tratamento

Estatísticas	MPA
Num. Obs.	5
Valor mín.	35.810001
Valor Max.	62.360001
Amplitude	26.549999
Total	239.750000
Média	47.950001
Variância	173.987930
D. Padrão	13.190449
D.P. Média	5.898947
Coef. Var. %	27.508757
Coef. Assim.	0.362981
Coef. Curt.	1.195640
Mediana	39.840000
Quartil Inf.	37.660000
Quartil Sup.	62.294998
IC 5 % L.S.	64.349075
IC 5 % L.I.	31.550928
IC 1 % L.S.	75.085159
IC 1 % L.I.	20.814844

Apêndice 11: Análise fixando o nível UNICEM do fator material e nível sem jateamento do fator tratamento

Estatísticas	MPA
Num. Obs.	5
Valor mín.	25.110001
Valor Max.	65.370003
Amplitude	40.260002
Total	251.830002
Média	50.366001
Variância	266.048070
D. Padrão	16.310980
D.P. Média	7.294492
Coef. Var. %	32.384903
Coef. Assim.	-0.668418
Coef. Curt.	2.1668418
Mediana	51.509998
Quartil Inf.	35.509998
Quartil Sup.	64.595001
IC 5 % L.S.	70.644684
IC 5 % L.I.	30.087315
IC 1 % L.S.	83.920662
IC 1 % L.I.	16.811340

Apêndice 12: Análise fixando o nível UNICEM do fator material e nível com jateamento do fator tratamento.

Estatísticas	MPA
Num. Obs.	5
Valor mín.	50.759998
Valor Max.	60.810001
Amplitude	10.050003
Total	285.370000
Média	57.074001
Variância	15.078618
D. Padrão	3.883120
D.P. Média	1.736584
Coef. Var. %	6.803658
Coef. Assim.	-0.898610
Coef. Curt.	2.485540
Mediana	58.189999
Quartil Inf.	53.559998
Quartil Sup.	60.029999
IC 5 % L.S.	61.901703
IC 5 % L.I.	52.246300
IC 1 % L.S.	65.062286
IC 1 % L.I.	49.085716

Apêndice 13: Análise fixando o nível ARC+ADES do fator material e nível sem jateamento do fator tratamento.

Estatísticas	MPA
Num. Obs.	5
Valor mín.	63.290001
Valor Max.	84.879997
Amplitude	21.589996
Total	353.690000
Média	70.737999
Variância	88.529366
D. Padrão	9.409005
D.P. Média	4.207834
Coef. Var. %	13.301204
Coef. Assim.	0.696822
Coef. Curt.	1.869129
Mediana	66.169998
Quartil Inf.	63.410000
Quartil Sup.	80.349998
IC 5 % L.S.	82.435776
IC 5 % L.I.	59.040222
IC 1 % L.S.	90.094040
IC 1 % L.I.	51.381962

Apêndice 14: Análise fixando o nível ARC+ADES do fator material e nível com jateamento do fator tratamento.

Estatísticas	MPA
Num. Obs.	5
Valor mín.	50.500000
Valor Max.	77.650002
Amplitude	27.150002
Total	296.190000
Média	59.237999
Variância	123.653641
D. Padrão	11.119967
D.P. Média	4.973000
Coef. Var. %	18.771679
Coef. Assim.	1.042655
Coef. Curt.	2.527725
Mediana	54.009998
Quartil Inf.	51.465000
Quartil Sup.	69.625000
IC 5 % L.S.	73.062943
IC 5 % L.I.	45.413059
IC 1 % L.S.	82.113800
IC 1 % L.I.	36.362198
