



ALAN RODRIGO MUNIZ PALIALOL

“RESISTÊNCIA DE UNIÃO À CERÂMICA DE CIMENTOS RESINOSOS
EXPERIMENTAIS CONTENDO UM SAL DERIVADO DO
DIFENILIODÔNIO”

PIRACICABA

2013

i



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

ALAN RODRIGO MUNIZ PALIALOL

**“RESISTÊNCIA DE UNIÃO À CERÂMICA DE CIMENTOS RESINOSOS
EXPERIMENTAIS CONTENDO UM SAL DERIVADO DO
DIFENILIODÔNIO”**

Orientadora: Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção de Título de Mestre em Clínica Odontológica, Área de Concentração em Dentística.

Este exemplar corresponde à versão final da Dissertação defendida pelo aluno e orientada pela Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Giselle", written over a horizontal line.

Assinatura da Orientadora

PIRACICABA

2013

iii

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

P176r Paliolol, Alan Rodrigo Muniz, 1984-
Resistência de união à cerâmica de cimentos resinosos
experimentais contendo um sal derivado do difeniliodônio / Alan
Rodrigo Muniz Paliolol. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: Giselle Maria Marchi Baron.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Fotopolimerização. 2. Cimentos de resina. 3.
Oniocompostos. I. Baron, Giselle Maria Marchi, 1970- II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia
de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Microtensile bond strength to ceramic of experimental resin
cements containing a diphenyliodonium derived salt

Palavras-chave em Inglês:

Photopolymerization

Resin cements

Onium compounds

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Giselle Maria Marchi Baron [Orientador]

Paulo Henrique dos Santos

Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Data da defesa: 12-04-2013

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



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 12 de Abril de 2013, considerou o candidato ALAN RODRIGO MUNIZ PALIALOL aprovado.

Profa. Dra. GISELLE MARIA MARCHI BARON

Prof. Dr. PAULO HENRIQUE DOS SANTOS

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho:

Aos meus pais, **Antônio Carlos** e **Rosimeiri** pelo amor, apoio e compreensão incondicionais. Meus exemplos de dedicação, luta e vitória pra toda vida! Amo vocês!

Ao meu irmão **Thiago**, que apesar do homem que se tornou, sempre será o meu irmão mais novo. Saiba que sinto muito orgulho de você e que sempre estará no meu coração onde quer que estejamos.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus**, por estar sempre presente iluminando minha vida, guiando meus passos e me dando força para seguir em frente.

Aos meus avós maternos **João** e **Maria** por sempre estarem torcendo por mim, pelo apoio, amor e carinho mesmo estando ausente na maior parte do tempo.

Aos meus avós paternos **Antônio** e **Yolanda** pelo amor, carinho e compreensão da minha ausência nesses anos.

A todos os **familiares** que sempre torceram e incentivaram minha caminhada nessa jornada. Obrigado pelo apoio!

À minha namorada **Fernanda Freitas Lins**, pela compreensão, companheirismo e apoio nas horas difíceis. Sem você, com certeza essa jornada seria muito mais difícil. Você foi e sempre será importante na minha vida tornando-a mais simples, fácil e feliz! Obrigado pela amizade, carinho e amor durante todos esses anos! Te amo!

À minha orientadora **Profa. Giselle Maria Marchi Baron**, exemplo de uma profissional competente e responsável capaz de tornar a nossa vida acadêmica mais agradável. Agradeço pela oportunidade, pela confiança no meu trabalho, pelos ensinamentos acadêmicos e conselhos na vida pessoal. O meu sincero obrigado!

AGRADECIMENTOS

À direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do Diretor **Prof. Dr. Jacks Jorge Junior** e do Diretor Associado **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia**.

Ao **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)**, pelo auxílio financeiro na concessão de bolsa e à **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)**, pela concessão de bolsa (2011/04430-4) e Auxílio à Pesquisa (2011/21842-4) que possibilitaram a realização desse trabalho.

À **Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia**, coordenadora dos cursos de Pós-Graduação e ao **Prof. Dr. Márcio de Moraes**, coordenador do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica.

Aos **Profs. Flavio Henrique Baggio Aguiar, Débora Alves Nunes Leite Lima e Marcelo Tavares de Oliveira** pelas sugestões e idéias que colaboraram para o enriquecimento desse trabalho no exame de qualificação.

Aos Profs. Da Área de Dentística, **Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dr. Marcelo Giannini, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. José Roberto Lovadino**, pelos conhecimentos transmitidos na área clínica e acadêmica que contribuíram para o meu crescimento profissional.

Aos amigos e parceiros de pesquisa **Adriano Lima e Luciano Gonçalves**, pelos ensinamentos, paciência e momentos felizes da minha vida. A ajuda de vocês foi fundamental para o desenvolvimento desse trabalho. Muito obrigado!

Aos amigos **Ailla Lancellotti, Maria Beatriz D'Arce, Maria Humel, Ciça, Hugo, Anderson Catelan, Livia Aguilera, Larissa Sgarbosa, Kamila Andrade, Juliana Públio**, pela convivência e por tornar mais agradáveis os dias na pós-graduação.

Aos amigos de moradia durante a graduação, **Guilherme Ramos Costa, Vitor Hugo, Leonardo Filizzola, Anderson de Souza, Fernando Domingos, Rafael Kinouti, Fabrício Fonseca**, pela convivência, parceria e amizade acima de tudo!

Aos amigos de moradia durante o mestrado, **Adriano Lima, Lucas Moura, Armando Kaieda e Leonardo Santos**, pela convivência nas horas boas e difíceis e por tornar mais fácil a vida longe da minha família. Muito obrigado pela parceria e amizade!

Aos **colegas de mestrado e doutorado** deste e de outros programas.

Aos funcionários da Área de Dentística **Mônica e Pedrão**, pela convivência e por se mostrarem sempre solícitos e prestativos quando precisei.

Ao Engenheiro Mecânico **Marcos Blanco Cangiani**, sempre solícito e pronto para ajudar na hora do aperto.

Ao Biólogo e técnico do setor de Microscopia Eletrônica de Varredura **Adriano Martins** pela ajuda e auxílio quando precisei.

Ao protético **Carlos Donato** pela comprometimento e colaboração com este trabalho.

A todos os funcionários da limpeza por tornarem o ambiente de trabalho limpo e agradável para todos.

*“Obstáculos e dificuldades
fazem parte da vida. E a vida
é a arte de superá-los.”*

DeRose

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar a resistência de união de cimentos resinosos experimentais contendo diferentes concentrações do sal de hexafluorofosfato de difeniliodônio (DPIHFP) à cerâmica reforçada por dissilicato de lítio, com ou sem aplicação do adesivo após o uso do silano. Para isso, cinco diferentes formulações de cimento foram confeccionadas utilizando como base os monômeros Bis-GMA e TEGDMA (na proporção 1:1 em massa) e 60% em peso de partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato. O sistema fotoiniciador foi composto por 1 mol% de canforoquinona (CQ), 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA) e diferentes concentrações de DPIHFP: 0; 0,25; 0,5; 1 e 2 mol%, definindo assim, cinco formulações de cimentos resinosos experimentais. Como inibidor foi acrescentado à mistura uma quantidade de 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado e 60% em peso de partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato foram incorporadas como carga inorgânica. Diante disso, a cimentação foi realizada com ou sem a aplicação do adesivo (Adper Scotchbond Multi-Purpose – Bond) estabelecendo assim, 12 grupos (n=7), sendo avaliados os cinco cimentos experimentais formulados e um cimento comercial (RelyX ARC). Foram confeccionados 84 espécimes de cerâmica IPS e.max (10 mm de comprimento x 10 mm de largura x 3 mm de espessura) e divididos, aleatoriamente, entre os 12 grupos previamente estabelecidos. Para todos os grupos foi realizado o condicionamento ácido da cerâmica (ácido hidrófluorídrico a 10%, 20 s) e aplicação de silano (RelyX Ceramic Primer). Logo após, os espécimes foram cimentados a blocos de resina fotopolimerizável Filtek Z250 (10 mm de comprimento x 10 mm de largura x 5 mm de espessura), utilizando os diferentes cimentos de acordo com o respectivo grupo, sob carga estática de 500 g, por 1 minuto. Para os grupos com utilização de adesivo, este foi aplicado 1 minuto após a aplicação do silano, sendo fotoativado através da cerâmica com LED 3ª geração (Bluephase G2) a 1200 mW/cm² juntamente com o cimento resinoso por 60 segundos. Após armazenamento (sob

umidade relativa) em estufa por 24 horas a 37°C, as amostras foram seccionadas perpendicularmente à interface de união, gerando palitos de 1 mm² (30 palitos por bloco) que foram submetidos ao ensaio de microtração em máquina de ensaio universal EMIC com velocidade de 0,5 mm/min. Foi realizada análise do padrão de fratura em lupa estereoscópica (Leica MZ75) com aumento de 40x e uma imagem representativa de cada padrão foi realizada em microscopia eletrônica de varredura. Os dados foram analisados através de Análise de Variância a dois critérios e teste Tukey, a um nível de significância de 5%. O cimento resinoso dual RelyX ARC apresentou os maiores valores de união, para os grupos com ou sem aplicação de sistema adesivo. Nos grupos com aplicação do sistema adesivo, os cimentos experimentais não diferiram estatisticamente entre si quanto a resistência de união. Nos grupos sem aplicação de adesivo, o cimento contendo 2mol% de DPIHFP obteve os menores valores de união. A aplicação do adesivo propiciou maiores valores de união somente para os cimentos RelyX ARC e DPIHFP 2mol%. De acordo com os resultados, pode-se concluir que a adição do sal de DPIHFP não foi capaz de aumentar os valores de união dos cimentos experimentais. O sistema de dupla ativação apresentou resistência de união à cerâmica superior aos cimentos experimentais fotoativados e a aplicação do adesivo promoveu o aumento dos valores de união apenas para os cimentos RelyX ARC e DPIHFP 2mol%.

Palavras-chave: Iodônio, Cimento Resinoso, Cerâmicas, Adesivo.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the bond strength of experimental resin cements (ERCs) containing different concentrations of Diphenyliodonium Hexafluorophosphate (DPIHFP) salt to a lithium disilicate ceramic with or without the adhesive application after silane treatment. For this purpose, five ERCs were prepared using a Bis-GMA/TEGDMA (1:1 molar ratio) base compound with a 60% mass fraction of silanated Barium-Aluminum-Silicate glass fillers. The photoinitiator system was composed by 1 mol% of camphorquinone (CQ) 2 mol% of dimethylaminoethyl methacrylate (DMAEMA) and different DPIHFP concentrations of 0, 0.25, 0.5, 1 or 2 mol%, resulting in five ERCs. As an inhibitor, 0.1mol% of hydroxyl butyl toluene was used. Therefore, the fixing protocol was performed with or without the application of adhesive (Scotchbond Multi-Purpose Adper - Bond) thereby establishing, 12 groups (n = 7), evaluating the five experimental resin cements and a commercial cement (RelyX ARC). Eighty four IPS e.max Press ceramic specimens (10 mm length x 10 mm width x 3 mm thickness) were fabricated and randomly divided among the 12 groups previously established. All the groups were etched with 10% hydrofluoric acid for 20 seconds and silane couple agent applied on the bond surface. After that, the specimens were fixed to photoactivated composite resin Filtek Z250 blocks (10 mm length x 10 mm width x 5 mm thickness), using different cements according to the respective group under static load of 500 g per one minute. For groups with adhesive application, this was applied 1 minute after applying the silane being cured by a third generation LED (Bluephase G2) together with the resin cement for 60 seconds. After storage for 24 hours at 37°C, the samples were sectioned perpendicular to the bond interface to obtain 1 mm² sectional area beams (30 beams per sample) and submitted to a microtensile bond strength test in a universal testing machine EMIC, at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The failure mode was analyzed by a stereomicroscope (Leica MZ75) at 40x magnification and one example of each type of failure mode was analysed in scanning

electron microscopy. Data were analyzed using ANOVA two criteria (ANOVA two-way) and Tukey test at a significance level of 5%. The dual resin cement RelyX ARC showed the highest bond strength values using or not the adhesive system. In groups with adhesive system, the ERCs were not statistically different from each other on the bond strength values to ceramics. In groups without adhesive system, the 2mol% of DPIHFP resin cement obtained the lowest bond strength values. The adhesive application led to higher bond strength values only for RelyX ARC and 2mol % DPIHFP resin cements. According to results, it can be concluded that the addition of DPIHFP salt was not able to increase the bond strength values of the experimental cements. The dual activation system showed higher values of bond strength when compared to photoactivated ERCs and adhesive system protocol increased the bond strength values only for the RelyX ARC and 2mol% DPIHFP resin cements.

Key Words: Iodonium, Resin Cement, Ceramics, Adhesive.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	4
3 PROPOSIÇÃO	23
4 MATERIAL E MÉTODOS	24
5 RESULTADOS	46
6 DISCUSSÃO	49
7 CONCLUSÃO	54
REFERÊNCIAS	55

1 – INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são materiais usados rotineiramente em procedimentos restauradores estéticos na odontologia devido as suas excelentes propriedades como alta resistência à compressão, estabilidade química, baixa condutibilidade elétrica, difusibilidade térmica, alta translucidez, alta fluorescência, biocompatibilidade, estética favorável e coeficiente de expansão térmica similar ao da estrutura dental (Anusavice, 1996; Borges, *et al.*, 2003). Tais cerâmicas podem ser classificadas em: vítreas (feldspática, leucita e dissilicato de lítio), à base de zircônia (policristais de zircônia estabilizados por ítrio) e à base de alumina (óxidos de alumina) (Conrad *et al.*, 2007).

A alteração da superfície de cerâmicas vítreas pelo condicionamento com ácido hidrofluorídrico, resulta no aumento da área de superfície de contato proporcionando melhor interação entre cerâmica e agente cimentante (Kukiattrakoon & Thammasitboon, 2007; Zogheib *et al.*, 2011). Para melhor aproveitamento do aumento da área de superfície, o cimento deve apresentar uma capacidade de molhamento da superfície adequada que consiga infiltrar nas irregularidades promovidas pelo condicionamento ácido (Oh *et al.*, 2002). Apesar do uso do silano na união à cerâmica ser bem consolidado na literatura (Guarda *et al.*, 2012; Yavuz *et al.*, 2012), ainda existem poucos estudos avaliando a aplicação do adesivo antes do uso do cimento resinoso (Oh *et al.*, 2002; Naves *et al.*, 2010) e muitos fabricantes recomendam a aplicação do cimento resinoso diretamente sobre a superfície interna silanizada da cerâmica. No entanto, é questionável se a combinação entre apenas agente silano e cimento resinoso é capaz de promover a melhor relação entre o cimento e as irregularidades promovidas pelo condicionamento ácido da cerâmica.

Cimentos resinosos são eleitos como primeira escolha no procedimento de cimentação de restaurações em cerâmica pura, pois proporcionam vantagens como selamento marginal, boa retenção inicial e aumento da resistência à fratura da cerâmica

(Burke *et al.*, 2002). Dentre os diversos tipos de cimentos odontológicos disponíveis no mercado, os cimentos resinosos são comumente recomendados para cimentação de restaurações indiretas de cerâmica pura como inlays, onlays, facetas e coroas totais (Santos-Daroz *et al.*, 2008). Em relação aos demais cimentos odontológicos, o cimento resinoso é o material que demonstra maior resistência à fratura quando utilizado em restaurações indiretas de cerâmica pura (Groten & Probster, 1997). Quanto ao modo de ativação, os cimentos resinosos podem ser classificados como quimicamente ativados, fotoativados e de dupla ativação. Dentre as principais características, os cimentos fotoativados apresentam algumas vantagens frente aos cimentos com ativação química, como maior controle do tempo de trabalho e melhor estabilidade de cor (Rosentiel, *et al.*, 1998).

Alguns estudos têm demonstrado o significativo efeito de atenuação da luz ativadora promovido pela cerâmica, sendo este dependente da estrutura cristalina, opacidade e espessura do material (Uctasil, *et al.*, 1994; el-Mowafay, *et al.*, 1999; Soares, *et al.*, 2006;). Isso torna os cimentos de dupla ativação os mais indicados para cimentação de restaurações de cerâmica pura, uma vez que possuem o auxílio da ativação química para obtenção de adequada conversão, mesmo com menor incidência de luz (Prieto *et al.*, 2013). Sabe-se que uma polimerização inadequada do material de cimentação pode resultar em propriedades mecânicas deficientes, maior sorção de água, maior solubilidade e menor estabilidade de cor (Watts, 2005; Ferracane, 2006; Ruttermann, *et al.*, 2010). Entretanto, os sistemas que possuem dupla ativação têm maior quantidade de amina terciária que os agentes fotoativados, uma vez que deve haver montante suficiente para que esta reaja tanto com o fotoiniciador, como com o peróxido de benzoíla, agente responsável pela iniciação da polimerização química. Uma desvantagem da presença de maior quantidade de amina terciária é a consequente oxidação desta molécula ao longo do tempo, que pode causar a alteração da cor do cimento, interferindo na cor da restauração indireta cimentada, podendo influenciar de modo negativo a estética obtida inicialmente, principalmente em se tratando de restaurações anteriores (Lu & Powers, 2004).

Uma possibilidade para melhorar a polimerização de compósitos resinosos seria por meio do aumento da reatividade destes materiais utilizando sistemas fotoiniciadores mais efetivos. Sais de diariliodônio associados a um complexo haleto metálico como contra-íon são eficientes fotoiniciadores na polimerização catiônica. Ao sofrer irradiação por luz, a baixa energia de ligação entre carbono e iodo (entre 26 e 27 Kcal/mol) promove a decomposição do iodônio excitado em um radical cátion ariliodo, um radical aril reativo e um ânion (Crivello & Lam, 1977). Ogliari *et al.* (2007), observaram a efetividade da adição de diferentes concentrações de um sal de ônio (hexafluorofosfato de difeniliodônio) na cinética de polimerização de adesivos dentinários. Embora a ativação de sais de ônio se proceda com exposição em espectro de luz com comprimento de onda abaixo de 300 nm (ultra violeta), o estudo demonstrou que a utilização conjunta com canforoquinona, o fotoiniciador mais comumente utilizado em compósitos odontológicos, e que absorve luz entre 450 e 500 nm (Watts & Cash, 1994), pode promover a decomposição de sais de ônio, permitindo que o mesmo atue na geração de radicais livres e, conseqüentemente, no aumento da reatividade de polimerização de metacrilatos.

Baseado nos resultados obtidos nos estudos previamente citados, Gonçalves (2011), avaliou a influência da incorporação do sal de hexafluorofosfato de difeniliodônio na reatividade de cimentos resinosos experimentais fotoativados. A adição deste sal nos cimentos resinosos elevou os valores das propriedades mecânicas do material, além de aumentar a reatividade e melhorar os valores de conversão monomérica dos cimentos em questão. Entretanto, ainda não foram realizados estudos sobre a efetividade destes cimentos experimentais na união à cerâmicas com pouca translucidez e com espessura de 3 mm, o que também desafiaria o potencial de polimerização destes cimentos.

2 – REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Compósitos Odontológicos

Em 1994, Watts e Cash avaliaram a intensidade de luz transmitida através de diferentes materiais restauradores estéticos: dentina humana, uma cerâmica a base de alumina, uma cerâmica vítrea, quinze resinas compostas e um cimento de ionômero de vidro modificado por resina. Foi utilizado um aparelho de lâmpada halógena com espectro de luz emitido no comprimento de onda entre 400 e 500 nm através de discos com espessura de 0,2 a 5 mm e diâmetro ente 8 e 10 mm. Foi utilizado um radiômetro e uma fotocélula de diodo para analisar a luz transmitida através de cada material. Após realizar o cálculo de transmissão e reflexão de luz, os autores concluíram que existe um alto grau de ineficiência na transmissão de luz através dos biomateriais e materiais estéticos estudados.

Uctasil e colaboradores (1994) avaliaram a influência da espessura e opacidade da cerâmica na polimerização de dois cimentos resinosos de dupla ativação (Dual Cement Radiopaque – microparticulado; Porcelie Dual-Cure – híbrido) e um de fotoativação (Porcelite Light activated – híbrido) através da análise da microdureza desses materiais. Foram confeccionados 5 discos de cerâmica feldspática medindo 5 mm de diâmetro e 0,5; 1 e 2 mm de espessura. Os espécimes foram polimerizados por 40 segundos com aparelho de luz halógena através das cerâmicas sendo que o grupo controle foi fotoativado sem o uso da cerâmica. Os resultados mostraram que o aumento da espessura e opacidade da cerâmica diminuiu os valores de microdureza dos cimentos resinosos. O efeito da atenuação de luz foi menor para o cimento de micropartículas Dual Cement Radiopaque do que para os cimento híbridos. Dentre os cimentos híbridos, o material fotoativado Porcelite Light activated obteve melhores resultados do que o cimento de dupla ativação.

Em 1997, Groten e Probster avaliaram a resistência à fratura de coroas de cerâmica pura cimentadas com diferentes protocolos e materiais. Foram confeccionadas

120 coroas de cerâmica pura Empress (Ivoclar) e cimentadas a troquéis metálicos utilizando seis protocolos diferentes: a) Cimento de fosfato de zinco sem condicionamento ácido da coroa ou do preparo; b) Ácido fluorídrico + silano + adesivo + cimento de fosfato de zinco na coroa e sem condicionamento do preparo; c) cimento de ionômero de vidro sem condicionamento ácido da coroa e do preparo; d) ácido fluorídrico + silano + adesivo + cimento de ionômero de vidro na coroa e sem condicionamento ácido do preparo; e) ácido fluorídrico + silano + adesivo + cimento resinoso na coroa e sem condicionamento ácido do preparo; f) ácido fluorídrico + silano + adesivo + cimento resinoso na coroa e condicionamento do preparo com sistema de cobertura Rocatec + silano. De acordo com os resultados, as coroas cimentadas com cimento resinoso apresentaram maior resistência à fratura, sendo que o tratamento de superfície do troquel resultou na obtenção do maior valor de resistência à fratura.

Rosenstiel e colaboradores (1998), em uma revisão de literatura, acompanharam a evolução e o desenvolvimento dos cimentos odontológicos abordando tópicos como: biocompatibilidade, microinfiltração, propriedades mecânicas, solubilidade, sorção de água, estabilidade de cor, resistência ao desgaste, inibição de cárie e placa bacteriana, linha de cimentação, viscosidade, entre outros. Além disso, foi presumido como seria o cimento ideal, suas principais características e comportamento. De acordo com o estudo, entre os cimentos disponíveis no mercado, os cimentos resinosos apresentam boas propriedades mecânicas, tempo de trabalho adequado e boa estabilidade de cor (fotoativados).

Em 1998, Sakaguchi & Berge realizaram um estudo onde foi verificada a relação entre intensidade de luz e tensão de contração de polimerização linear na fase pós-gel; e o grau de conversão de um composto restaurador. Amostras cilíndricas foram fotopolimerizadas de 4 maneiras diferentes por 40 segundos sob uma distância de 7 mm: 71% da intensidade de luz controle; 49% da intensidade de luz controle; 34% da intensidade de luz controle; e 20 s com 71% + 20 s com 100% da intensidade de luz. O grau de conversão nos grupos sob duas intensidades de luz diferentes não diferiu estatisticamente dos grupos que utilizaram apenas uma intensidade (mais baixa ou mais

alta). Porém, a fotopolimerização com duas intensidades de luz diferentes mostraram uma redução na tensão de contração de 21,8%, sem afetar o grau de conversão das amostras.

Em 1999, el-Mowafay e colaboradores avaliaram a dureza de oito cimentos por meio da ativação química apenas ou por meio da dupla ativação sob efeito de diferentes espessuras de cerâmicas. Foram preparados oito espécimes medindo 6mm de diâmetro e 2,5 de espessura de cada cimento: Adherence, Choice, Duolink, Enforce, Lute-It, Nexus, Resinomer e Variolink; sendo que metade foi ativado quimicamente e a outra metade com ativação dupla. Mensurações de dureza Knoop foram realizadas com intervalo de 1 hora; 1 dia e 1 semana. Outros doze espécimes, com as mesmas medidas, foram submetidos à ativação dupla através de discos de cerâmica Cerec Vita Blocks na cor A2 nas espessuras de 1, 2, 3, 4, 5 e 6 mm. O ensaio de dureza foi realizado da mesma forma como descrito anteriormente. A análise estatística mostrou diferença significativa na dureza Knoop para todos os cimentos quando comparadas as ativações química e dupla, sendo que o intervalo de tempo influenciou positivamente os valores de dureza independente do tipo de ativação. Foi observado que de acordo com o aumento da espessura da cerâmica, houve uma diminuição nos valores de dureza para todos os cimentos. Além disso, foi concluído que a ativação química sozinha não foi capaz de atingir níveis de dureza adequados e que houve uma redução significativa nos valores de dureza dos cimentos quando a espessura do disco de cerâmica passou de 2 para 3 mm.

Em 2001, Rasetto e colaboradores avaliaram a eficiência de três fontes de luz sobre a dureza de um cimento resinoso comercial fotoativado através de três cerâmicas vítreas. Discos das cerâmicas Ceramco II, Vitadur Alpha e IPS Empress com 8 mm de diâmetro e 1mm de espessura, na cor correspondente à cor A2 da escala Vita de acordo com as recomendações de cada fabricante. A pasta base do cimento resinoso Variolink II de cor universal foi escolhido por apresentar reação de polimerização ativada exclusivamente pela luz. A fotoativação foi realizada através dos discos de cerâmica com a fonte halógena convencional Optilux (controle) por 20, 40, 60 e 80 segundos, com o arco de plasma de xenônio Apollo 95E e com lâmpada halógena de alta intensidade Kreativ 2000 por 5, 10, 15

e 20 segundos. O ensaio de dureza Knoop foi realizado com carga de 50 g por 60 segundos. Os resultados indicaram que os valores de dureza Knoop foram influenciados pela fonte luz, material cerâmico e tempo de fotoativação. Kreative apresentou diferença estatística entre todos os tempos de fotoativação requerendo menos de 20 segundos de fotoativação para polimerização adequada sob a cerâmica. Com o Apollo 95E, somente nos corpos-de-prova fotoativados por 15 e 20 segundos mostraram valores de dureza que não diferiram estatisticamente entre si sendo superiores aos obtidos nos demais tempos. O mesmo ocorreu com os cimentos resinosos fotoativados com o Optilux (controle) nos tempos de 60 e 80 segundos. Os autores concluíram que os aparelhos de alta intensidade de luz promovem polimerizações mais eficientes em menores tempos de fotoativação. Entretanto, o tempo de 5 segundos preconizado pelo fabricante para o Apollo 95E não se mostrou adequado. Fotoativadores de luz halógena convencional devem ser utilizados com tempo mínimo de 60 segundos de ativação para promover a polimerização adequada de cimentos resinosos sob restaurações cerâmicas.

Em 2002, Oh e colaboradores caracterizaram o efeito da topografia de superfície sobre o molhamento da cerâmica por água e adesivo. Foram utilizados uma faceta de cerâmica Eris (ER1); um núcleo de cerâmica Empress 1 e um núcleo de cerâmica experimental (EXC), as quais foram submetidas a 4 diferentes tratamentos de superfície: polimento com lixa de carvão de silício com granulação de 1200; jateamento com óxido de alumínio; condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 5%; e uma combinação de jateamento e condicionamento ácido. Os tratamentos com condicionamento ácido e combinação de jateamento com condicionamento ácido produziram os menores valores de ângulo de contato seguidos por jateamento e polimento com lixa de carvão de silício. Dentro das limitações do presente estudo, o condicionamento ácido ou uma combinação de jateamento e condicionamento ácido foram eficazes em aumentar a área da superfície para união. A superfície com maior potencial de molhamento foi EXC, seguido de ERV e E1C.

Borges e colaboradores (2003) avaliaram a topografia de superfície de seis tipos de cerâmica diferentes sob diferentes tratamentos de superfície, sendo condicionamento

com ácido hidrofúorídrico ou jateamento com óxido de alumínio. Foram confeccionados 5 copings de 6 cerâmicas diferentes: IPS Empress, IPS Empress 2, Cergogold, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera. Cada coping foi seccionado com disco diamantado logitudinalmente em 4 partes iguais e alocados em 3 grupos aleatoriamente de acordo com o tratamento de superfície: 1) sem tratamento de superfície (controle); 2) jateamento com partículas de óxido de alumínio; 3) condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 10% por 20 segundos (IPS Empress 2), 60 segundos (IPS Empress e Cergogold) e 2 minutos (In - Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera). De acordo com os resultados, o jateamento com óxido de alumínio modificou a superfície das cerâmicas IPS Empress, IPS Empress 2 e Cergogold (exibindo irregularidades superficiais não presentes no grupo controle); para o sistema Procera foi exibida uma superfície lisa e plana. Para os sistemas In-Ceram Alumina e In-Ceram Zirconia a superfície não foi modificada. O condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 10% produziu cristais alongados dispersos e irregularidades superficiais no sistema IPS Empress 2; irregularidades na superfície com aspecto de colméia para IPS Empress e Cergogold e nenhuma alteração superficial para In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 10% e o jateamento com óxido de alumínio causaram irregularidades na superfície apenas dos sistemas IPS Empress, IPS Empress 2 e Cergogold.

Lohbauer e colaboradores (2005) avaliaram o efeito de diferentes fontes de luz e modos de irradiação na resistência à fadiga mecânica e no grau de conversão de um compósito restaurador (Tetric Ceram). Foram utilizados os seguintes aparelhos: convencional halógena, arco de plasma e LED. Foram observados maiores valores de fadiga mecânica e resistência à fratura quando aparelhos com alta energia de polimerização e tempos de exposição estendidos foram utilizados. O aparelho convencional de luz halógena exibiu uma profundidade de polimerização mais homogênea junto com baixa perda de resistência mecânica. O trabalho mostrou uma correlação entre diminuição de resistência mecânica e tempos de exposição ou intensidade de luz insuficientes.

Watts (2005) realizou um estudo em que avaliou a relação entre formação das

cadeias poliméricas, cinética de polimerização e o comportamento mecânico na transmissão da tensão gerada pela contração de polimerização. O autor ressaltou a mudança de fase ocorrida durante a conversão progressiva de monômeros (líquido) em polímeros (sólido) que é dependente da temperatura de transição vítrea, módulo de elasticidade e outras propriedades visco-elásticas. Após a caracterização dos fótons e sua ação sobre o sistema fotoiniciador foram deduzidas equações matemáticas que possibilitaram afirmar o número de fótons por segundo e de moléculas de canforoquinona por unidade de área ou volume do compósito. Foi destacado também que a taxa de polimerização é dependente da intensidade da luz absorvida pelo compósito e a concentração de fotoiniciadores, dados que permitem o cálculo estimado do grau de conversão que influencia diretamente a contração volumétrica do material. Embora altos graus de conversão estejam relacionados com compósitos de melhores propriedades mecânicas também promovem maiores valores de tensão de contração. Com o desenvolvimento da reação de polimerização o módulo de elasticidade é estabelecido, ocorrendo de forma não uniforme, permanecendo alguns pontos dentro do material com comportamento visco-elástico, similar ao do estágio inicial da polimerização, devido às diferenças no modo de ativação. Ao final do estudo conclui-se que o módulo de elasticidade é condição fundamental na capacidade do compósito transferir a tensão. O comportamento visco-elástico desses materiais deve ser estudado com o auxílio da análise de elemento finito 3D para melhor compreensão do desenvolvimento e liberação da tensão de polimerização.

Em 2005, Ozturk e colaboradores avaliaram o grau de conversão e a dureza Vickers de um cimento resinoso fotoativado através de um disco de cerâmica de 2 mm de espessura com duas fontes de luz halógena e um diodo emissor de luz. Cilindros do cimento de ativação dupla Variolink II foram confeccionados com 5 mm de diâmetro por 1 mm de altura, fotoativados com cinco modos: luz halógena Hilux por 40 segundos; luz halógena Optilux 501 com alta intensidade por 10 segundos; luz halógena Optilux 501 método rampa por 20 segundos; LED Elipar FreeLight com 20 ou 40 segundos. Dez corpos-de-prova de cada grupo foram confeccionados para verificação do grau de

conversão (FTIR) e para o teste de dureza. Optilux 501 modo rampa por 20 segundos apresentou os maiores valores de dureza e grau de conversão que os demais modos de fotoativação onde foi evidenciada correlação entre o grau de conversão e a dureza da superfície.

Em 2006, Soares e colaboradores avaliaram a dureza de um agente de cimentação resinoso através de discos de cerâmicas de diferentes espessuras e cores. Foram confeccionados discos de cerâmica feldspática com 4 mm de diâmetro por 1, 2 e 4 mm de altura, nas cores nas cores A1, A2, A3, A3,5 e A4. Noventa e cinco dentes bovinos foram incluídos em resina epóxi com a face vestibular planificada. Nelas foram confeccionadas cavidades com 1 mm de profundidade para inserção do cimento. A fotoativação foi realizada por 40 segundos, sendo que no controle não houve interposição de cerâmica, sendo executada diretamente sobre o cimento. Cinco penetrações Vickers foram realizadas em cada corpo-de-prova com carga de 50 g por 30 segundos. Os valores de dureza foram significativamente menores para as cores A2, A3, A3,5 e A4 quando o disco interposto entre a luz e o cimento foi o de 4 mm. Nas demais situações não houve diferença estatística. Os autores concluíram que a espessura da cerâmica é fator mais importante que a cor para atenuação da luz reduzindo os valores de dureza do cimento.

Lee (2006) avaliou o efeito da formulação de compósitos comerciais experimentais sobre suas propriedades. Um composto foi elaborado com: Bis- GMA e TEGDMA nas relações de 8:2, 7:3, 6:4, 5:5, 4:6, 3:7, e 2:8. A estes compostos foram incorporadas as partículas de carga de diferentes tamanhos e composições. Os compósitos restauradores Z100 (3M), Charisma (Kulzer), Clearfil (Kuraray) e Denfil (Vericom) também foram incluídos no estudo. Diversas propriedades visco-elásticas dos materiais foram testadas sobre diferentes temperaturas. As matrizes resinosas foram consideradas fluidos Newtonianos e todos os compósitos experimentais apresentaram comportamento pseudoplástico. A viscosidade aumentou com o volume de carga, mas diminuiu com a temperatura e o tamanho da partícula. As propriedades reológicas dos compósitos foram influenciadas pela composição dos mesmos.

Com o objetivo de esclarecer os fatores associados aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos dos compósitos odontológicos, Ferracane (2006) realizou uma revisão da literatura abrangendo estudos publicados num período de aproximadamente trinta anos. As características hidrófilas dos polímeros são dependentes das estruturas presentes nos monômeros que os compõem. Os monômeros comumente utilizados na Odontologia apresentam componentes suscetíveis à degradação hidrolítica como: uretânos, grupamentos hidroxila e Ester, este último presente no TEGDMA que apresenta papel importante na formação de ligações cruzadas. Por essa razão polímeros com grande quantidade de ligações cruzadas podem apresentar sorção de água mesmo não sendo considerados hidrófilos. Entretanto, redes poliméricas com alta densidade de ligações cruzadas são menos suscetíveis à ação de solventes e lixiviação de componentes devido à redução do volume livre entre as cadeias poliméricas, considerando que as ligações cruzadas as mantêm próximas. Por essa razão, densidade da rede polimérica é fator importante, porque a água necessita de porosidades para penetrar no compósito. O autor considera que o grau de conversão não é um dos principais responsáveis pela solubilidade desses materiais. Fatores como a tipo e a quantidade carga inorgânica teriam maior influência sobre essas propriedades. Entretanto, o estudo revelou que 2 a 10% dos monômeros não reagidos podem ser solubilizados e extraídos dos compósitos.

Em 2008, Cunha e colaboradores verificaram o efeito de 7 métodos de fotoativação modulados sobre a resistência da união de restaurações em compósito. Setenta incisivos bovinos foram selecionados e uma cavidade cônica foi preparada na superfície vestibular. O adesivo Adper Single Bond foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, e as cavidades foram preenchidas com um único incremento de Esthet X (Dentsply / Caulk). Os espécimes foram divididos aleatoriamente em sete grupos (n = 10) de acordo com o método de fotoativação: (1) fotoativação contínua 700 (700 mW/cm^2) (controle); (2) fotoativação contínua 150 (150 mW/cm^2); (3) fotoativação contínua 250 (250 mW/cm^2); (4) *soft-start* 75 ($75 \text{ mW/cm}^2 + 700 \text{ mW/cm}^2$); (5) *soft-start* 150 ($150 + 700 \text{ mW/cm}^2$); (6) *pulse delay* ($150 \text{ mW/cm}^2 + 3 \text{ minutos} + 700 \text{ mW/cm}^2$) e (7) fotoativação

intermitente (ciclos a 600 mW/cm^2). A densidade de energia para todos os grupos foi de 14 J/cm^2 . A resistência de união das restaurações de resina composta foi medida através do teste de push-out em máquina de ensaio universal (Instron). Os resultados mostraram que os métodos *pulse delay*, *soft-start 150* e *soft-start 75* aumentaram significativamente a resistência de união, quando comparado com o método de fotoativação contínua 700 (controle). Baixas densidades de potência e os grupos de fotoativação intermitente mostraram resultados intermediários. Foi possível concluir que a modulação da intensidade luminosa através dos métodos de fotoativação *Pulse Delay* e *Soft-Start* aumentou significativamente a resistência da união da interface adesiva.

Para avaliar o grau de conversão de um cimento resinoso dual RelyX ARC através de diferentes espessuras da cerâmica IPS Empress Esthetic, Moraes e colaboradores (2008) realizaram a fotoativação por 40 segundos com a interposição de discos de cerâmica com diferentes espessuras (0,7; 1,4 e 2 mm), criando um grupo controle para dupla ativação (DUC) e um grupo para ativação química (CC). Um grupo de tempo de espera (DE) foi testado, onde o cimento foi fotopolimerizado após 5 minutos sem a interposição do disco de cerâmica. O grau de conversão foi mensurado através de um aparelho de espectroscopia infravermelha nos tempos de 40s, 1, 2, 4, 6, 8 e 10 min. A irradiância e o espectro de transmissão através da cerâmica foram mensurados. De acordo com os resultados, houve diminuição da irradiância de acordo com o aumento da espessura da cerâmica. Os cimentos ativados quimicamente apresentaram os menores valores de grau de conversão. Todos os grupos apresentaram maior grau de conversão em 10 minutos quando comparado a 40 segundos. Não houve diferença significativa entre os grupos DUC e os grupos fotoativados com a interposição do disco de cerâmica. Não houve efeito significativo no grau de conversão para o grupo DE após 10 minutos. Um aumento significativo no grau de conversão foi detectado geralmente após 4 minutos. Os autores concluíram o agente cimentante dependeu de exposição de luz e tempo de exposição adequados para atingir melhores valores de grau de conversão. O tempo de espera e a fotoativação indireta não influenciaram no grau de conversão final.

Em 2010, Rüttermann e colaboradores avaliaram as propriedades de seis compósitos experimentais em que monômeros alternativos foram utilizados em substituição a monômeros largamente empregados em resinas compostas odontológicas. Uma resina à base de Bis-GMA/TTEGDMA/UDMA foi utilizada como controle e a partir desta, seis materiais experimentais foram formulados com substituição total ou parcial de Bis-GMA e TEGDMA por quatro materiais, o oligômero 4215 (altíssimo peso molecular), o oligômero 4004 (terafuncional de baixa viscosidade), o oligômero CN435 (baixa viscosidade, alta massa molecular e solúvel em água) e o oligômero CN965 (altíssimo peso molecular com viscosidade intermediária entre o Bis-GMA e o UDMA). A substituição do Bis-GMA e do UDMA não ocasionou prejuízo da resistência à flexão ou módulo de elasticidade, entretanto a substituição do TEGDMA pelos monômeros alternativos resultou em aumentos da resistência à flexão dos polímeros alternativos. Nenhuma das matrizes experimentais apresentou aumento nos valores de sorção e solubilidade, entretanto algumas formulações tiveram desempenho superior ao controle. Os resultados mostraram que monômeros alternativos comercialmente disponíveis podem melhorar as propriedades dos compósitos odontológicos.

Em um estudo realizado em 2011, Zogheib e colaboradores examinaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento ácido na rugosidade superficial e resistência à flexão de uma cerâmica de dissilicato de lítio. Foram produzidos espécimes de cerâmica em forma de barra (16 mm x 2 mm x 2 mm). Todos os espécimes foram polidos e submetidos à limpeza em ultrassom com água destilada, e foram divididos aleatoriamente em 5 grupos (n = 15). Grupo A (controle) não foi tratado. Os grupos de B a E foram condicionados com 4,9% de ácido hidrófluorídrico (HF) durante 4 períodos de condicionamento diferentes: 20 s, 60 s, 90 s e 180 s, respectivamente. As superfícies condicionadas foram observadas em microscopia eletrônica de varredura. Todos os períodos de condicionamento produziram superfícies mais rugosas significativamente do que o grupo controle. Os valores de rugosidade aumentaram com o aumento do tempo de condicionamento. Porém, o condicionamento ácido reduziu significativamente a resistência

à flexão de acordo com o aumento do tempo. Os resultados deste estudo demonstraram que o aumento do tempo de condicionamento com ácido HF afetou a rugosidade de superfície e a resistência à flexão de uma cerâmica de dissilicato de lítio.

Aguiar e colaboradores (2012) avaliaram a morfologia da interface resina-dentina de quatro cimentos resinosos de dupla ativação, sendo dois auto-adesivos (RelyX Unicem, 3M ESPE e Clearfil SA Luting, Kuraray Med) e os outros dois convencionais (RelyX ARC, 3M ESPE e Clearfil Esthetic Cement, Kuraray Med). Foram extraídos 32 terceiros molares humanos hígidos e submetidos ao desgaste e planificação da superfície oclusal para expor a dentina coronal. Os dentes foram divididos em 8 grupos (n=4), de acordo com os cimentos resinosos e análise de microscópica (microscopia eletrônica de varredura (MEV) ou microscopia a laser confocal (MLC)). Para MLC, dois diferentes corantes fluorescentes foram incorporados ao sistema adesivo (fluoresceína) e ao cimento resinoso (rodamina B). Os cimentos resinosos foram aplicados a discos de resina composta indireta, que foram cimentados à superfície de dentina de acordo com as instruções do fabricante. Após 24 h, todos os dentes restaurados foram seccionados verticalmente em placas de 1 mm de espessura para análise em MEV ou em MLC. De acordo com os resultados, para o sistema Scotchbond Multi-Purpose / RelyX ARC, foi formada uma fina camada híbrida e penetração de tags resinosos nos túbulos dentinários; já o sistema Clearfil DC Bond / Clearfil Esthetic Cement, mostrou apenas tags resinosos. Para os cimentos auto-adesivos, não foi detectado camada híbrida ou tags resinosos. Os autores concluíram que as imagens representativas de MEV e MLC mostraram variabilidade da interface resina-dentina entre os diferentes cimentos estudados.

2.2 Utilização de sais de ônio como fotoiniciadores

Em um dos primeiros estudos sobre os sais de ônio atuando como fotoiniciadores para polimerização catiônica, Crivello e Lam (1977) investigaram a síntese, purificação e eficiência desses sais na ativação de compostos monoméricos. Três métodos para obtenção do sal foram empregados com os seguintes resultados (A) 3,3-

Dinitrofeniliodônio Hexafluorarsenato, (B) Dinitrofeniliodônio Fluorborato e (C) 4-Metoxidinitrofeniliodônio Fluorborato. Após a síntese dos sais foram realizados os seguintes estudos: fotodecomposição mostrou a presença de vários subprodutos sugerindo que a fotólise dos sais ônio não ocorrem de forma restrita, os radicais aril gerados apresentam meia vida suficiente para se difundirem do local inicial da reação para desenvolver a polimerização; mensuração de quanta produzidos neste estudo revelou que a quantidade de quanta gerados para as três formulações estudadas não diferiu, indicando a alta eficiência da fotólise desses sais; fotopolimerização embora os autores não tenham detalhado esse ensaio, foi relatado que os sais de ônio são eficientes para a polimerização de diversos tipos de monômeros, melhorando as propriedades dos polímeros resultantes em relação a outros sistemas de fotoiniciação.

Com o objetivo de avaliar a polimerização de acrilamidas (AA) em presença de solventes orgânicos como etanol ou água Gómez e colaboradores (2003) avaliaram o emprego de um sal de ônio em sistemas ternários de fotoativação. Um sistema fotoiniciador contendo Safarina-T Clorada, Trietilenolamina e Difeniliodônio clorado foi sintetizado e adicionado à matriz de AA em solução aquosa 1 M. A fotoativação foi realizada com lâmpada de Xenônio de 150 W e filtro monocromático para o comprimento de onda de 520 nm e a taxa de polimerização foi determinada por dilatometria. Foi observado que o sal de ônio aumentou a cinética de polimerização e o sal aumentou o fornecimento de radicais livres que iniciam o processo de polimerização.

Ogliari e colaboradores (2007) avaliaram a influência de um sal de iodônio na cinética de polimerização de adesivos resinosos experimentais. Foi elaborada uma mistura base de Bis-GMA, TEGDMA e HEMA. Para esse composto base foram elaborados quatro sistemas fotoiniciadores: 1 mol % de canforoquinona (CQ); 1 mol % CQ + Hexafluorfosfato de Difeniliodônio (DFI) nas concentrações de 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 e 4,0 mol %; 1 mol % CQ + 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 e 4,0 mol % Etil 4- dimetilaminobenzoato (EDAB) e 1 mol % CQ + 2 mol % de EDAB + DFI nas mesmas concentrações anteriores. Para a avaliação da cinética de polimerização foi utilizada a Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier em

tempo real durante a fotoativação. Os autores observaram que o sistema ternário apresentou os maiores valores de cinética de polimerização e grau de conversão. Maiores valores na razão de polimerização foram encontrados quando o DFI foi utilizado nas concentrações de 2 e 4 mol %, entretanto o grau de conversão para todas as concentrações se igualou após de 10 segundos de ativação. Esses resultados são em função da maior reatividade do DFI e sua capacidade de reagir com radicais livres inativos. Os autores concluíram que os sistemas ternários são mais eficientes para aumentar da taxa de polimerização principalmente em menores tempos de fotoativação.

Em 2011, Gonçalves, com o objetivo de avaliar a influência da incorporação de um sal de hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) nas propriedades de um cimento resinoso experimental, desenvolveu cinco cimentos resinosos a partir de uma composição à base de monômeros Bis-GMA e TEGDMA, na proporção de 1:1 mol% e 60% em peso de partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato. O sistema iniciador dos materiais foi composto por 1 mol% de canforoquinona (CQ) e 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA) e diferentes concentrações de 0 (controle), 0,25, 0,5, 1 ou 2 mol% de DFI . Como inibidor foi usado 0,1 mol% de hidroxibutil tolueno (BHT). Após a obtenção dos cimentos, foram realizados os seguintes ensaios: 1) Cinética da polimerização em tempo real em espectroscopia infravermelha, indicando também o grau de conversão dos cimentos; 2) Resistência à flexão de três pontos e módulo de elasticidade; 3) Sorção e solubilidade em água destilada (21 dias); 4) Tensão da contração de polimerização mensurada em máquina de ensaios mecânicos associada a extensômetro; 5) Dureza Knoop avaliada na base e no topo das amostras fotoativadas diretamente ou com a interposição de discos de cerâmica com 3 espessuras diferentes. De acordo com os resultados, a adição do DFI influenciou as propriedades em todos os ensaios realizados. Os cimentos contendo DFI apresentaram aumento na cinética da reação, no grau de conversão e na dureza Knoop. Houve também aumento significativo na resistência à flexão e no módulo de elasticidade, além de redução nos valores de sorção de água e perda de massa por solubilidade. Na maioria dos grupos contendo DFI, os valores de tensão da contração de polimerização

foram similares ao grupo controle, exceto para o grupo contendo 1 mol% de DFI que apresentou aumento na tensão gerada pela polimerização. Com base nos resultados obtidos, o autor concluiu que a adição do DFI influenciou positivamente as propriedades dos cimentos resinosos experimentais e a concentração de 0,5 mol% parece ser a mais conveniente para a formulação desses cimentos resinosos estudados.

2.3 – Resistência de união à cerâmica

Burke e colaboradores (2002), avaliaram a influência do protocolo adesivo na resistência à fratura de diversos sistemas de cerâmica pura através de um levantamento de diversos estudos laboratoriais e clínicos devido a taxa de falha clínica anual desses materiais ser 3%. O efeito dos procedimentos adesivos foi avaliado nesses estudos. De acordo com os estudos, a incorporação de procedimentos adesivos durante a cimentação juntamente com o uso de cimentos resinosos, aumentou não só a taxa de longevidade de coroas em cerâmica, como a resistência à fratura desses materiais.

Em uma revisão sistemática realizada em 2007, Conrad e colaboradores pesquisaram na literatura trabalhos sobre cerâmica pura e seus diversos sistemas relacionados a longevidade, propriedades, assentamento marginal, cimentação e resultado estético final no intuito de fornecer recomendações clínicas para o seu uso. Os autores chegaram à conclusão de que não existe um único material ou sistema que sirva para todas as situações clínicas. Sendo assim, cabe ao clínico saber administrar cada material ou sistema, combinado com o respectivo protocolo adesivo de acordo com a necessidade de cada caso.

Kukiattrakoon & Thammasitboon (2007) realizaram um estudo onde foi determinado a resistência de união ao cisalhamento de compósitos resinosos à cerâmica Empress 1 depois de ser submetido ao tratamento por fluoreto fosfato acidulado (APF) sob diferentes períodos de tempo. Cento e vinte discos de cerâmica altamente reforçada por leucita (12 mm de diâmetro e 1,5 de espessura) foram divididos em doze grupos (n=10). Dez grupos foram submetidos ao tratamento com gel APF 1,23% pelo tempo de 1 a 10

minutos; um grupo foi submetido ao condicionamento com ácido hidrófluorídrico 9,6% por 4 minutos e um grupo não recebeu tratamento servindo como controle. Todos espécimes receberam aplicação de silano e foram restaurados com cilindros de compósito Filtek Z250 utilizando o adesivo Scotchbond Multi-purpose Plus e após, 24 horas, submetidos ao teste de cisalhamento. De acordo com os resultados, os maiores valores de resistência de união foram obtidos com condicionamento com ácido hidrófluorídrico 9,6%, porém, não houve diferença estatística entre os dois tipos de tratamento de superfície quando o APF foi aplicado à cerâmica por 7 a 10 minutos.

Com o objetivo de avaliar a correlação entre a irradiância transmitida através da cerâmica e a resistência de união de cimentos resinosos à dentina, Moraes e colaboradores (2008) avaliaram a resistência de união ao microcisalhamento de um cimento resinoso comercial fotoativado com diferentes irradiâncias através de um disco de cerâmica de 0,6 mm de espessura. Três corpos-de-prova foram fotoativados sobre superfícies planas de dentina bovina (n=10) ou fotoativados através de um disco de cerâmica com seis diferentes irradiâncias controladas por um reostato ligado ao fotoativador e aferida por medidor de potência. O teste foi conduzido em máquina de ensaio com velocidade constante de 0,5 mm/minuto. A redução a irradiância utilizada para a fotoativação do cimento resinoso afetou negativamente os valores de resistência de união ao cisalhamento. Os autores observaram forte correlação linear entre a irradiância transmitida através da cerâmica e a resistência de união ao cisalhamento. A justificativa para esses achados seria a maior formação de radicais livres obtidas com maiores níveis de irradiância e também a maior geração de calor dentro do compósito durante a fotoativação, que aumenta a mobilidade dos monômeros durante a reação. Esses dois fatores promoveriam maior grau de conversão do cimento resinoso.

Cekic-Nagas e colaboradores (2010) avaliaram a influência da espessura da linha de cimentação na resistência de união ao cisalhamento de compósitos restauradores à uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio IPS Empress 2. Quarenta discos de cerâmica foram cimentados em bases de compósitos (Smile, Pentron ou Bis-core, Bisco)

utilizando um cimento resinoso (Bifix QM, Voco) com espessuras de 50 ou 100 micrômetros. Os compósitos restauradores e a espessura da linha de cimentação tiveram efeito significativo nos valores de resistência de união. Linhas de cimentação mais espessas resultaram em menores valores de resistência de união.

Em 2010, Naves e colaboradores avaliaram a morfologia de superfície e resistência de união ao microcisalhamento entre a cerâmica reforçada por leucita IPS Empress Esthetic (Ivoclar- Vivadent) e o cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent). Para isso, foram realizados diferentes tempos de condicionamento da cerâmica, com e sem aplicação do adesivo após o uso do silano. Setenta e dois discos de cerâmica (6mm de diâmetro x 2mm de espessura) foram confeccionados, e divididos em 12 grupos (n=6), definidos pelo tempo de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% e aplicação ou não de adesivo após o uso do silano. Os tempos de condicionamento foram 10 s, 20 s, 40 s, 60 s, 120 s e 60 + 60 s. O silano foi aplicado em todos os grupos e metade dos grupos (de G7 a G12) receberam uma camada do adesivo (Scotchbond MP 3M ESPE). Foi preparado um molde de elastômero com dois orifícios cilíndricos (1,2mm de diâmetro x 2mm de altura) adaptado sobre a superfície da cerâmica e os orifícios foram preenchidos com o cimento resinoso (Variolink II), fotoativados por 40 s e submetidos ao ensaio de resistência de união ao microcisalhamento. A topografia e a interface de união foram avaliadas em MEV. A resistência de união ao microcisalhamento. Os resultados mostraram pouca alteração na topografia de superfície detectada nas amostras condicionadas por 10s e canais apresentando sulcos profundos em praticamente toda a extensão das superfícies das cerâmicas re-condicionadas (60 + 60 s). Irregularidades não preenchidas ao longo da interface de união cerâmica-cimento resinoso foram detectados em intensidade crescente a partir de 60s de condicionamento, quando apenas o silano foi aplicado, enquanto um preenchimento homogêneo foi notado quando o adesivo foi utilizado, exceto para o grupo re-condicionado.

Em um estudo realizado por Guarda e colaboradores (2012), o objetivo foi investigar o efeito de diferentes tratamentos de superfície, fadiga mecânica e termociclagem

na resistência na resistência de união de um cimento resinoso de dupla ativação à uma cerâmica IPS e.max (Ivoclar-Vivadent). Foram confeccionados 18 blocos de cerâmica (10 mm de comprimento x 7 mm de largura x 3 mm de espessura) e divididos em 6 grupos (n=3) de acordo com os diferentes tratamentos de superfície e teste de envelhecimento acelerado: grupos 1, 2 e 3 foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 50µm por 5 segundos; grupos 4, 5 e 6 foram submetidos a condicionamento com ácido hidrófluorídrico à 10% por 20 segundos. Posteriormente, os blocos de cerâmica foram unidos à blocos de compósito restaurador Tetric N-Ceram (Ivoclar-Vivadent) com cimento resinoso RelyX ARC (3M ESPE), sob carga estática de 500 g, por 2 minutos. As amostras dos grupos 1 e 4 foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 h. Nos grupos 2 e 5, as amostras foram submetidos a 3.000 ciclos térmicos entre 5°C e 55°C. Para os grupos 3 e 6, as amostras foram submetidas ao ensaio de fadiga mecânica por 100.000 ciclos com 2 Hz. Os palitos obtidos foram ao ensaio de resistência de união à microtração em máquina de teste universal (EZ Test - Shimadzu) com velocidade de 0,5 mm/min. O ensaio de fadiga e termociclagem diminuíram significativamente a resistência de união à microtração para ambos os tratamentos de superfície das cerâmicas quando comparada ao grupo controle. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 10% aumentou a resistência de união à microtração para o grupo controle.

Ainda em 2012, Yavuz e colaboradores avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície (jateamento, condicionamento ácido e irradiação a laser) na resistência de união ao microcislamento de uma cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress 2) e uma cerâmica feldspática (VITA VM 9). Cem discos de cerâmica foram confeccionados e divididos em dois grupos de 50 discos para cada sistema de cerâmica: IPS Empress 2 (grupo I) e VITA VM 9 (grupo II). Cada grupo foi subdividido em cinco grupos de tratamento de superfície (n=10), sendo grupo SB, jateamento com partículas de alumina; grupo HF, condicionamento ácido fluorídrico a 5%; grupo L, Er: YAG laser (distância, de 1 mm, 500 mJ, 20 Hz, 10 W; manualmente); grupo SB-L, jateamento + Er: YAG laser; e grupo HF-L, ácido fluorídrico a 5% + Er: YAG laser. A cimentação foi realizada através do

preenchimento de tubos de teflon (4 mm de diâmetro e 3 mm de altura) com cimento resinoso Panavia 2.0. Após 24 horas de armazenamento em água, o ensaio de resistência ao cisalhamento foi realizada usando uma máquina de ensaio universal, a uma velocidade de 0,5 mm / min. Os resultados obtidos indicaram que a resistência ao cisalhamento foi significativamente afetada pelos métodos de tratamento de superfície, mas não houve interação significativa entre os sistemas de cerâmica. O grupo SB-L apresentou os maiores valores de resistência de união. Jateamento seguido de Er: YAG laser aumentou a resistência de união, indicando seu uso como um forte método alternativo.

Em 2013, Prieto e colaboradores avaliaram a microdureza Knoop e resistência de união por microcisalhamento de cimentos resinosos duais e uma resina fluida à uma cerâmica reforçada por leucita unida ao esmalte. Oitenta incisivos bovinos foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n=10) por teste (microcisalhamento e microdureza) de acordo com cada protocolo adesivo: Excite DSC / Variolink; Clearfil SE Bond / Panavia F; Adper Scotchbond Multi-Usó Plus / RelyX ARC; e Adper Single Bond 2/ Filtek Z350 Flow. Para a medição da microdureza, o cimento foi aplicado sobre a superfície do esmalte e fotopolimerizado com a interposição de um disco de cerâmica (5 mm de diâmetro x 1,2 mm de espessura). Cinco identificações foram realizados em cada amostra. Para o teste de microcisalhamento, dois cilindros de cerâmica reforçada por leucita (1 mm de diâmetro x 2 mm de altura) foram cimentados sobre o substrato de esmalte de acordo com os protocolos adesivos previamente estabelecidos. Um cilindro foi testado após 24 horas, e o outro só foi submetido ao teste de microcisalhamento após o teste de termociclagem (2000 ciclos). O protocolo Scotchbond / RelyX ARC apresentou maiores valores de resistência de união, enquanto que o Single Bond / Z350 flow apresentou valores inferiores. A termociclagem promoveu uma redução nos valores de resistência de união para todos os grupos. O cimento Panavia apresentou valores mais elevados de microdureza, e a resina fluida apresentou valores mais baixos. RelyX ARC e Variolink apresentaram valores intermediários na avaliação de dureza. Os autores concluíram que para a cimentação de cerâmica, os sistemas

de dupla ativação promoveram valores de união e microdureza mais confiáveis quando comparados com a resina fluida.

3 – PROPOSIÇÃO

Os propósitos do presente estudo foram: a) avaliar a resistência de união de cimentos resinosos experimentais fotoativados contendo diferentes concentrações de um sal de iodônio à uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio, comparando os valores com um cimento comercial de dupla ativação; b) avaliar a influência da camada de adesivo na resistência de união dos diferentes cimentos à cerâmica; c) avaliar a espessura de película dos cimentos utilizados.

4 - MATERIAL E MÉTODOS

4.1 – Delineamento Experimental

Unidades experimentais: cimentos resinosos experimentais (contendo DPIHFP nas concentrações 0; 0,25; 0,5; 1 e 2 mol%) e cimento resinoso comercial RelyX ARC (3M ESPE).

Fatores em estudo: protocolos adesivos (aplicação ou não do adesivo).

Variável de resposta: obtida por meio do teste de resistência de união por microtração e através da mensuração da espessura de película dos cimentos.

4.2 – Preparo dos cimentos experimentais

Inicialmente, foi obtido um composto base a partir da mistura dos monômeros 2,2 - bis [4 - (2 - hidróxi - 3 - metilacriloxipropoxi) fenil] - propano (Bis-GMA) (Sigma-Aldrich, Millwaukee, WI, EUA) e dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) (Sigma-Aldrich) na proporção 1:1 em massa (Figura 1, A e B). Ao composto base foi adicionado como sistema fotoiniciador 1 mol% de canforoquinona (CQ) (Esstech Inc., Essington, PA, EUA) e 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA) (Sigma-Aldrich). Como inibidor, foi acrescido à mistura uma quantidade de 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado (BHT) (Sigma-Aldrich).

A partir do composto base, foram preparados cinco cimentos experimentais, contendo crescentes concentrações de hexafluorofosfato de difeniliodônio (DPIHFP - Sigma-Aldrich) (0; 0,25; 0,5; 1 e 2 mol%). Posteriormente, foram adicionados 60% em peso de partículas silanizadas de vidro bário-alumínio-silicato com diâmetro médio de 0,7 μm (Esstech Inc., Essington, Pensilvânia, USA) (Figura 1, C e D). A mensuração da massa dos monômeros e demais componentes foi realizada em balança analítica digital (Modelo DV215CD OHAUS, México, D.F) com precisão de 0,01 mg.

Todo o processo de confecção dos cimentos experimentais foi realizado em

ambiente com temperatura e umidade controlados, e com iluminação de cor amarela.

Finalizado o proporcionamento dos componentes, os cimentos experimentais foram separados em potes de vidro completamente protegidos contra a passagem de luz (Figura 2), e misturados em baixa rotação através de um dispositivo acoplado a uma peça reta (Figura 1E). Em seguida, foram colocados em uma cuba adaptada a uma bomba a vácuo (Quimis Aparelhos Científicos Ltda., Diadema, SP) por 20 minutos, para eliminação de bolhas de ar. Por fim, os frascos foram agitados em cuba ultrassônica (Maxi-Clean 750 Unique, Indaiatuba, SP, Brasil) por 30 minutos, para homogeneizar a mistura dos componentes, e armazenados em ambiente refrigerado a 4°C, livre de luz.

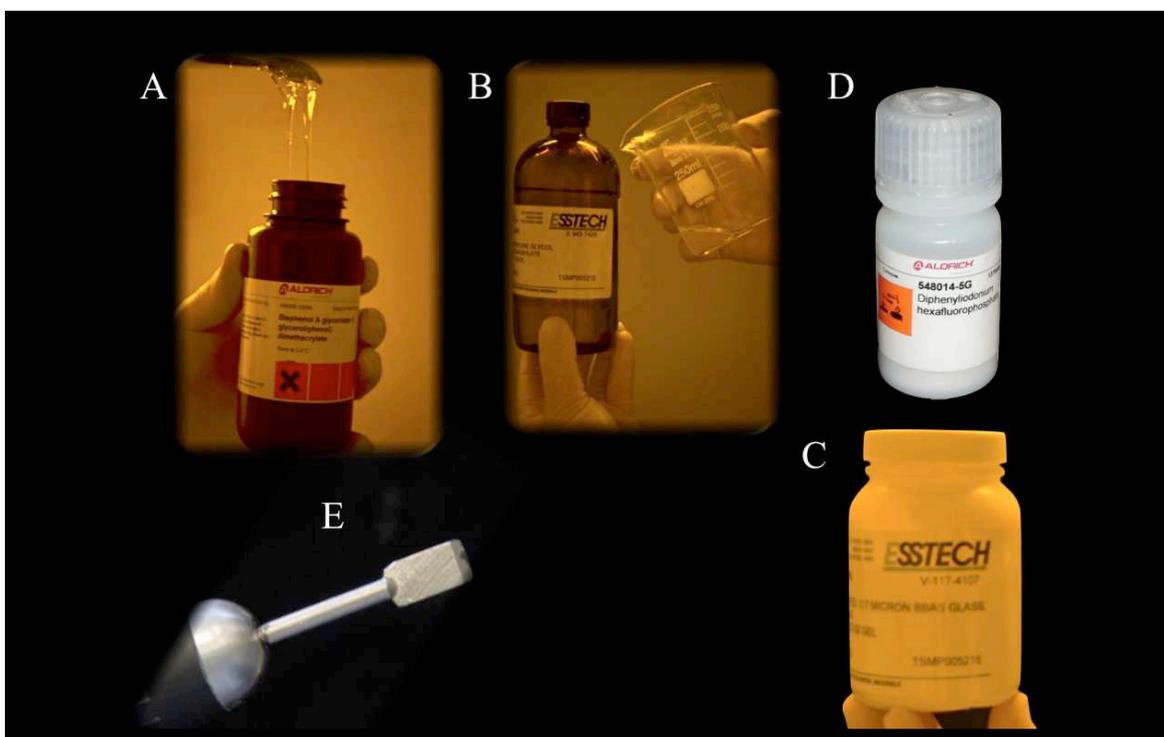


Figura 1 – Reagentes utilizados para confecção dos cimentos resinosos: (A) Bis-GMA; (B) TEGDMA; (C) Carga de vidro de bário alumínio silicato; (D) Hexafluorofosfato de difeniliodônio (DPIHFP); (E) Dispositivo utilizado para mistura dos reagentes.



Figura 2 – Potes de vidro, contendo os cimentos experimentais, vedados contra a passagem de luz.

4.3 – Confeção dos espécimes de cerâmica

Foram confeccionados 84 espécimes de cerâmica reforçada por dissilicato de lítio IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) seguindo as recomendações do fabricante, com dimensões de 10 mm de comprimento, 10 mm largura e 3 mm de espessura. Inicialmente, padrões em resina acrílica (Duralay, Reliance Dental Mfg Co, Worth, IL, USA) foram obtidos com auxílio de uma matriz de silicone por adição (Express, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA). Após completa polimerização da resina acrílica, um conduto de alimentação com 3 mm de diâmetro por 4 mm de comprimento foi fixado em cada padrão e adaptado à um cilindro plástico. Em seguida, foi adaptado na base plástica do cadinho um anel de silicone (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e os padrões de resina acrílica foram incluídos em revestimento à base de fosfato IPS PressVest Speed (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) (Figura 3), na proporção de 200g de pó para 27mL de líquido próprio do sistema IPS e 27mL de água destilada e espatulado mecanicamente a vácuo na máquina Multivac 4 (Degussa, Hanau, Germany) por 2 minutos. Após a presa, o cilindro de silicone, o formador do conduto e a base foram removidos e o bloco de revestimento (Figura 4) foi levado ao forno (7000-5P; EDG Equipamentos e Controles Ltda.) na temperatura de 850°C e mantido por 90 minutos para eliminação da resina acrílica.

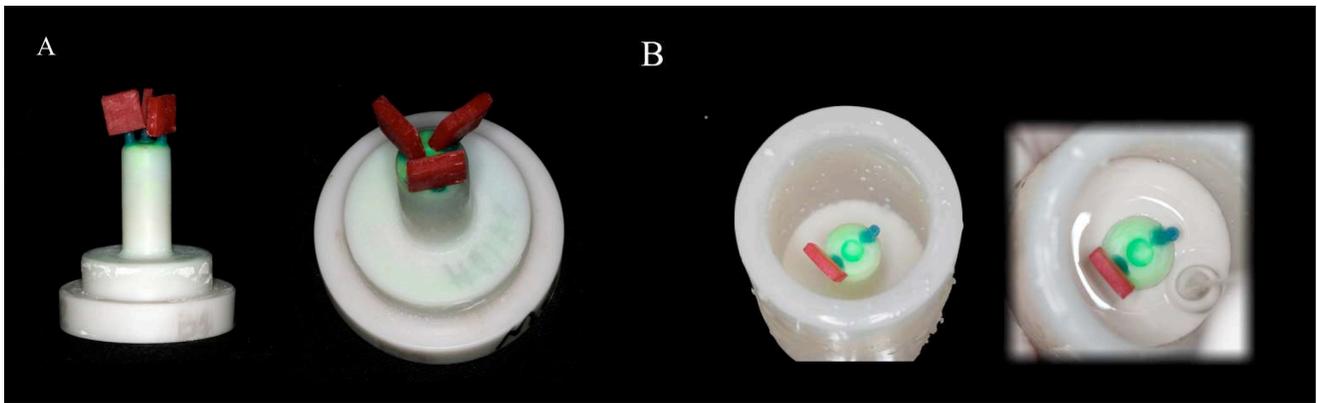


Figura 3 – (A): Padrões de Duralay fixados na base formadora de cado; (B): Anel de silicone acoplado e inclusão dos padrões em revestimento.

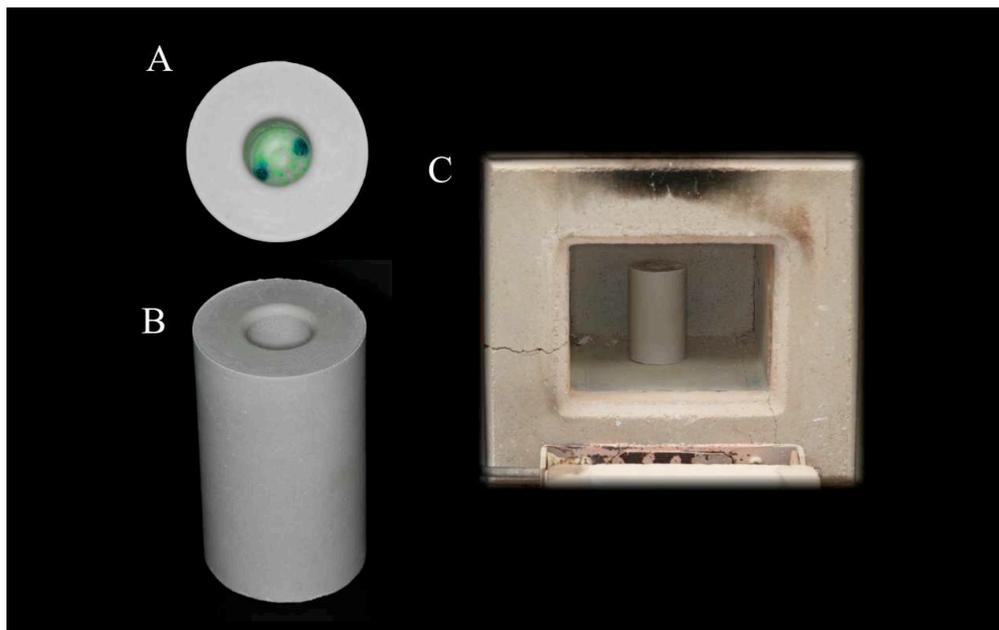


Figura 4 – (A): Visão interna do conduto; (B): Revestimento; (C): Revestimento no interior do forno elétrico.

Posteriormente, o bloco de revestimento foi removido do forno e as pastilhas de cerâmica (IPS e.max Press, cor MO1, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) (Figura 5) foram posicionadas no conduto (Figura 6A), juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levado ao forno automático EP 600 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan,

Liechtenstein) (Figura 6B). O conjunto foi mantido por 20 minutos a 920°C, seguido de uma pressão de 5 bar por 15 minutos. Após o resfriamento do bloco à temperatura ambiente, este foi seccionado e os espécimes removidos com jato de óxido de alumínio de 50 μm (Oxyker Dry; F.lli Manfredi, Sofia, Itália), sob pressão inicial de 4 bar, e posteriormente, 2 bar para remoção do revestimento próximo das amostras da cerâmica IPS e.max Press (Figura 7). Em seguida, o conduto de alimentação foi removido com disco diamantado (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) e os espécimes submetidos a acabamento com ponta cilíndrica de diamante em baixa rotação. Por fim, previamente ao tratamento de superfície, todos os espécimes foram limpos em ultrassom por 5 minutos com etanol 98%, mais 5 minutos em água destilada e alocados, aleatoriamente, em 12 grupos (n=7), de acordo com a formulação de cada cimento e protocolo adesivo utilizado (Tabela 1).



Figura 5 – Pastilhas IPS e.max Press na cor MO1.

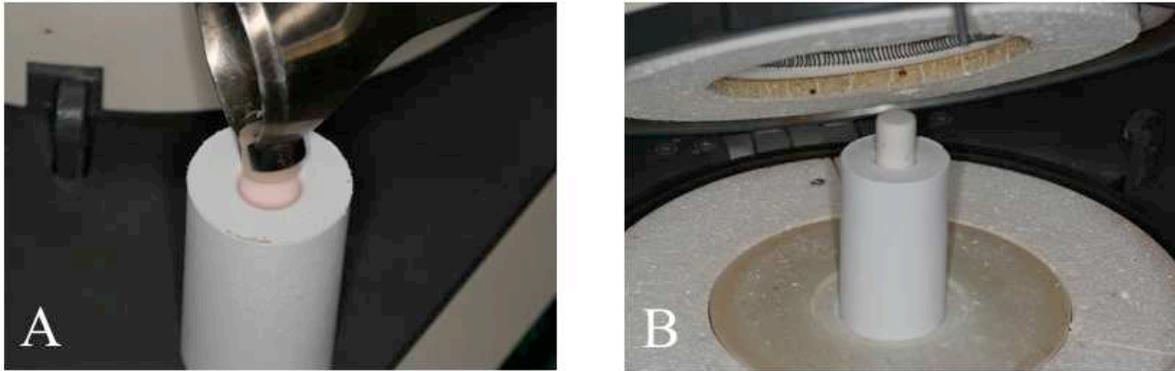


Figura 6 – A: Pastilha sendo inserida no conduto; B: Revestimento com êmbolo posicionado no conduto no forno EP 600.

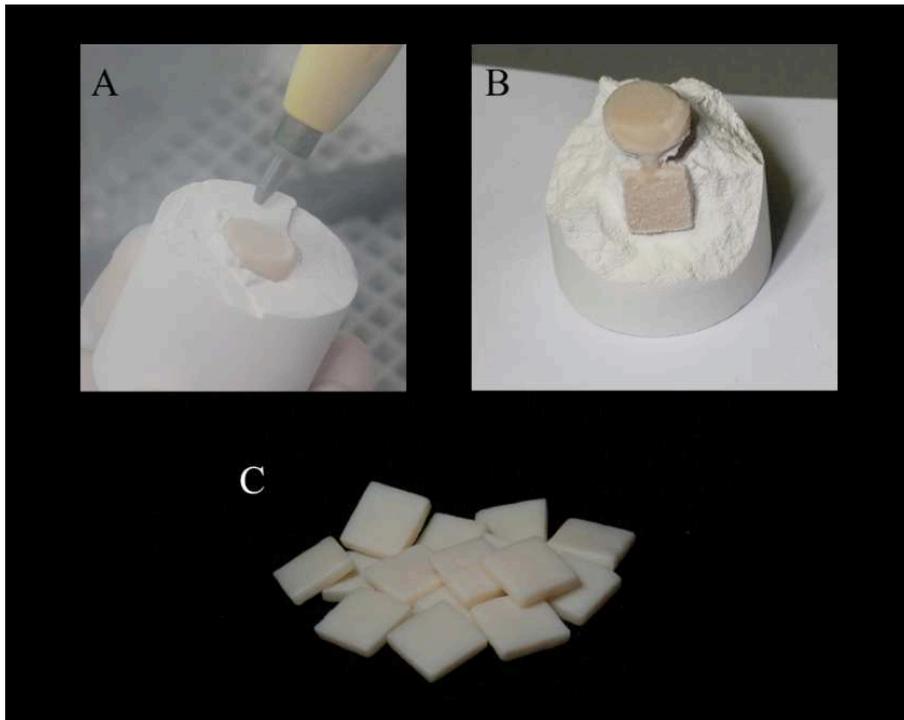


Figura 7 – (A): Jateamento com óxido de alumínio; (B): Remoção dos espécimes de cerâmica; (C): Aspecto dos espécimes após acabamento.

Tabela 1. Divisão dos grupos de acordo com a formulação dos cimentos e protocolo adesivo.

Grupos / Protocolo Adesivo	Cimento
<p>G1 (Silano)</p> <p>G7 (Silano + Adesivo)</p>	<p>RelyX ARC (3M ESPE)*</p> <p>Pasta A: Bis-GMA(10-20%), TEGDMA(10-20%), carga de Sílica(1-10%) /Zircônia (60-70%), polímero dimetacrilato (1-10%), Trifenilantimônio (<0,2%) ;</p> <p>Pasta B: Bis-GMA (10-20%), TEGDMA (10-20%), polímero dimetacrilato (10-20%), carga de Sílica (1-10%) /Zircônia (55-65%), 2-Benzotriazolyl-4-methylphenol (<1%) e peróxido de benzoila (<1%).</p> <p>*Composição fornecida pelo fabricante; % em peso.</p>
<p>G2 (Silano)</p> <p>G8 (Silano + Adesivo)</p>	<p>Experimental 0 mol% DPIHFP</p>
<p>G3 (Silano)</p> <p>G9 (Silano + Adesivo)</p>	<p>Experimental 0,25 mol% DPIHFP</p>
<p>G4 (Silano)</p> <p>G10 (Silano + Adesivo)</p>	<p>Experimental 0,5 mol% DPIHFP</p>
<p>G5 (Silano)</p> <p>G11 (Silano + Adesivo)</p>	<p>Experimental 1 mol% DPIHFP</p>
<p>G6 (Silano)</p> <p>G12 (Silano + Adesivo)</p>	<p>Experimental 2 mol% DPIHFP</p>

4.4 – Irradiância através da cerâmica

Para mensuração da irradiância do aparelho LED Bluephase G2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), o diâmetro da ponta do aparelho foi medido com auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão), a fim de determinar a área de emissão de energia (cm^2), por meio da fórmula:

$$\text{Área} = \pi.r^2$$

Onde π é a constante 3,1416 e r^2 corresponde ao raio do diâmetro da ponta do aparelho elevado à segunda potência. Para mensuração da irradiância do aparelho através da cerâmica, foram medidos os lados de um bloco de cerâmica com paquímetro digital para determinar a emissão de energia (cm^2), através da fórmula:

$$\text{Área} = l^2$$

Onde l^2 corresponde ao lado do bloco cerâmico em formato quadrangular elevado à segunda potência.

Sendo assim, foi mensurada a potência (mW) por meio de um potenciômetro Ophir 10A-V2-SH (Ophir Optronics, Har – Hotzvim, Jerusalém, Israel) acoplado ao microprocessador NOVA (Ophir Optronics, Har – Hotzvim, Jerusalém, Israel). Através da obtenção desses dados, foi possível mensurar não só a irradiância do aparelho como também a irradiância através da cerâmica (Figura 8), por meio da fórmula:

$$\text{Irradiância (mW/cm}^2\text{)} = \text{Potência (mW)} / \text{Área (cm}^2\text{)}$$

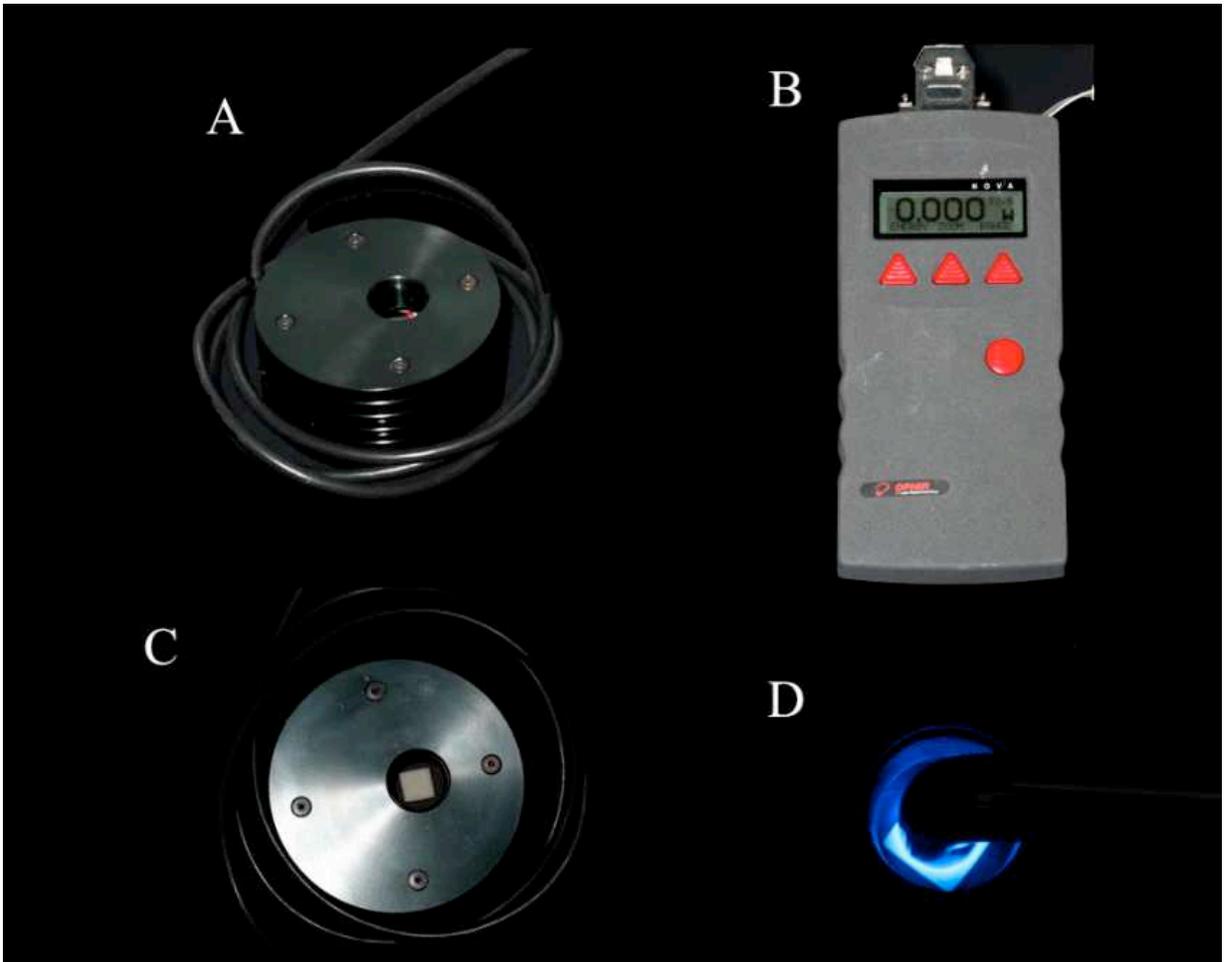


Figura 8 – (A): Microprocessador NOVA; (B): Potenciômetro Ophir 10A-V2-SH; (C): Bloco de cerâmica posicionado no microprocessador; (D): Mensuração da potência do aparelho através da cerâmica.

Os dados obtidos estão listados no Tabela 2.

Tabela 2. Irradiância do aparelho LED Bluephase com e sem a interposição da cerâmica.

	Área de emissão (cm ²)	Potência (mW)	Irradiância (mW/cm ²)
Sem cerâmica	0,64	760	1194
Com cerâmica	0,90	320	354,5

4.5 – Cimentação

Os procedimentos de cimentação foram baseados no trabalho de Guarda *et al.*, 2012. Para cimentação dos espécimes cerâmicos foram confeccionados 84 blocos de resina composta microhíbrida (Filtek Z250, A2, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) medindo 10 mm de comprimento, 10 mm de largura e 5 mm de espessura, através de um molde obtido com silicone por adição (Express, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) de blocos acrílicos (Figuras 9A, 9B). Os moldes foram preenchidos em incrementos de, aproximadamente, 2 mm, sendo cada um deles fotoativado por 20 segundos com o aparelho LED 3^a geração Bluephase G2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com irradiância de 1194 mW/cm² (Figura 10).

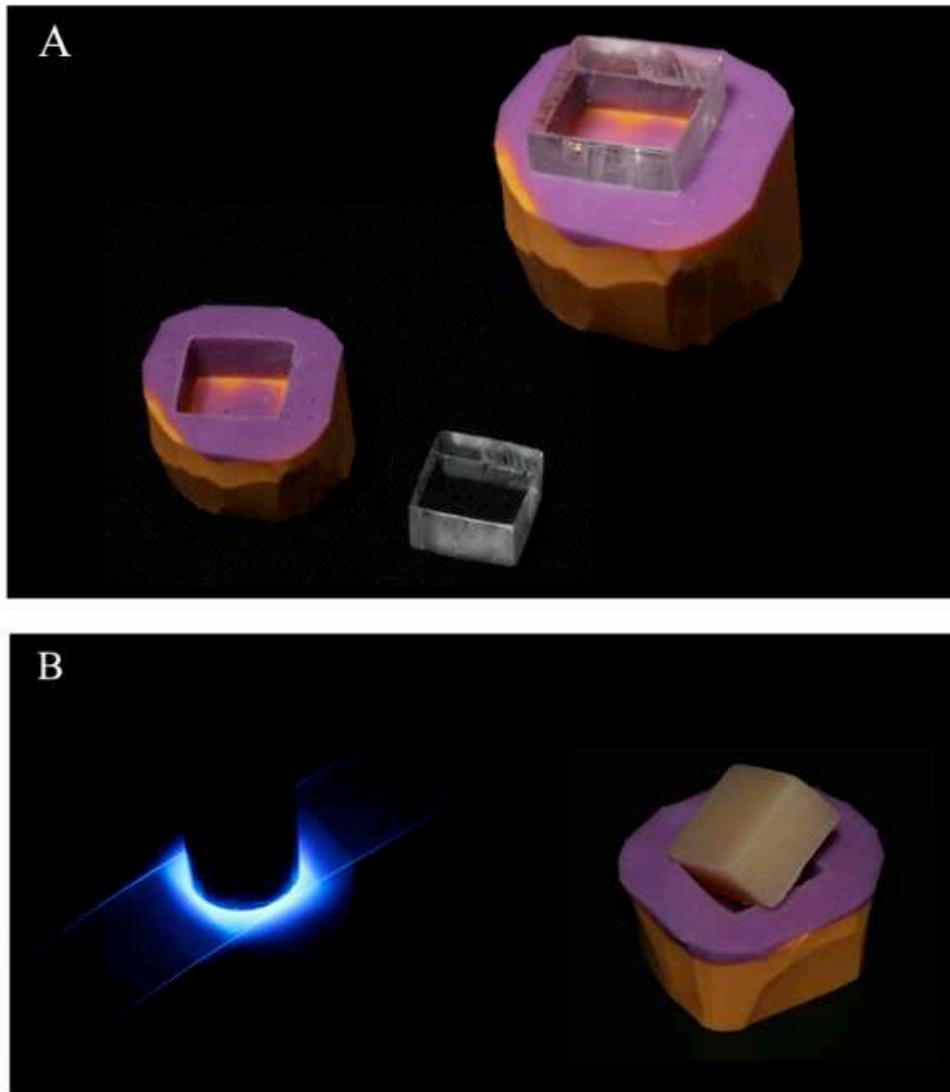


Figura 9 – A: Moldes de silicone por adição e bloco de acrílico; B: Blocos de resina composta microhíbrida Filtek Z250 fotoativado com Led Bluephase 3ª geração.



Figura 10 – Aparelho LED 3ª geração Bluephase G2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Os espécimes de cerâmica foram condicionados com ácido hidrófluorídrico (Dentsply Petrópolis, Brazil) a 10%, por 20 segundos (Figura 11A), seguido de irrigação abundante por 1 minuto e secagem com seringa tríplice. Logo após, foi aplicado agente de silanização (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) na superfície dos espécimes a receber o cimento, com auxílio de um micropincel descartável (Microbrush, Vigodent SA, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) deixado em repouso durante 1 minuto (Figura 11B).



Figura 11 – A: Condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 10% por 20 segundos; B: Aplicação do agente de silanização.

Nos grupos com aplicação de sistema adesivo (G7-G12) foi aplicada uma camada do adesivo (Adper Scotchbond Multi-Purpose (Bond), 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) com auxílio de um micropincel descartável, e não foi realizada a fotoativação. Em seguida, o cimento resinoso foi aplicado, de acordo com o estabelecido ao grupo em questão, de modo a preencher toda superfície do espécime de cerâmica com uma espátula de inserção nº 1 e posicionado sobre o bloco de resina composta. Sobre o conjunto foi aplicada uma carga estática de 500g por 1 minuto. Após remoção do excesso de agente cimentante utilizando micropincel descartável, apenas a superfície de topo do conjunto cerâmica/resina composta foi fotoativado por 60 segundos com o aparelho LED 3ª geração Bluephase G2 com irradiância de 1200 mW/cm^2 (Figura 12).

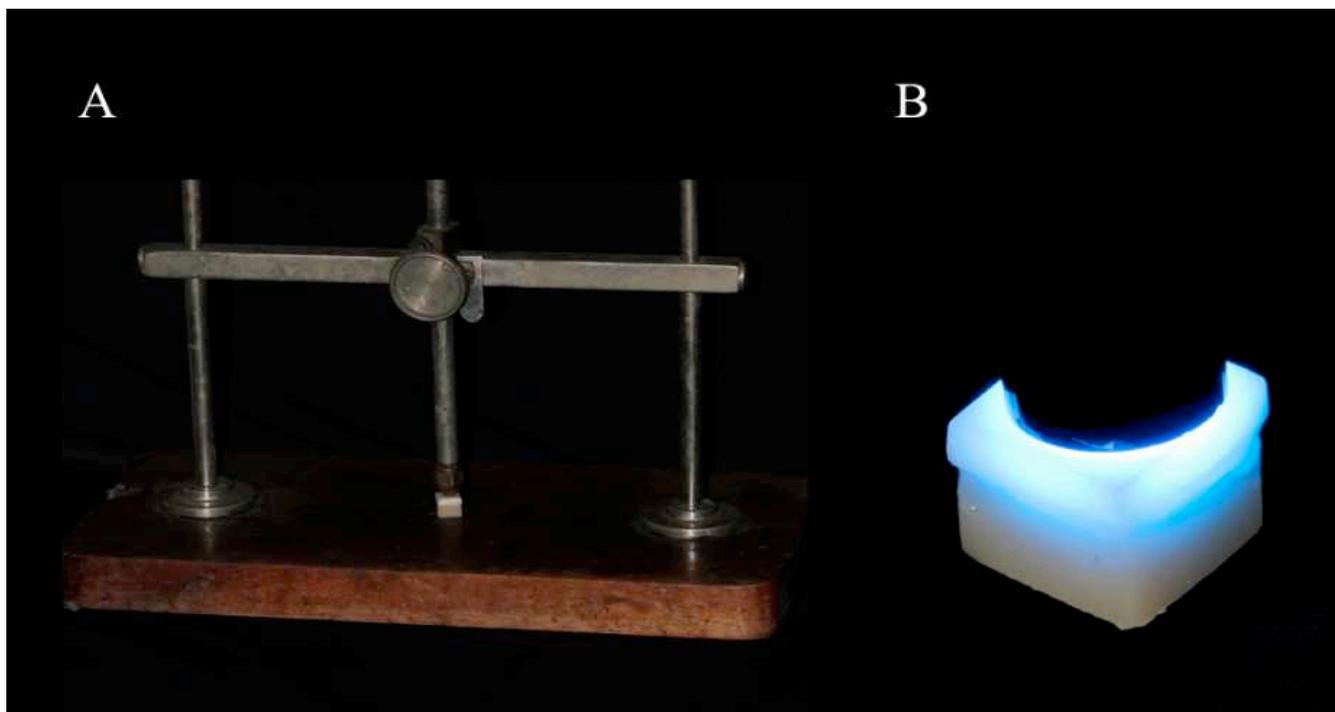


Figura 12 – (A): Aplicação de carga estática de 500g por 1 minuto; (B): Fotoativação através da cerâmica por 60 segundos.

4.6 – Avaliação da espessura de película

Foram utilizadas duas placas de vidro planas e quadrangulares com espessura de aproximadamente 5 mm cada. As placas foram marcadas com ponta diamantada esférica em alta rotação para servir como ponto de referência no momento da mensuração. Primeiramente, a espessura das duas placas em contato foi mensurada (primeira mensuração) com paquímetro digital (Mitutoyo, Tokyo, Japão) com precisão de 0,01 mm (Figura 13). Após isso, um volume de aproximadamente 0,014 ml (próximo do volume de um *click* da bisnaga do cimento resinoso RelyX ARC, segundo informações do fabricante) de cimento resinoso padronizado através de uma matriz de silicone por adição nas dimensões de 6 mm de diâmetro e 0,5 mm de profundidade foi depositado no centro de uma das placas (Figura 14). Posteriormente, as placas foram unidas pressionando o cimento resinoso sob uma carga vertical de 500 g aplicada por 1 minuto no centro da placa superior.

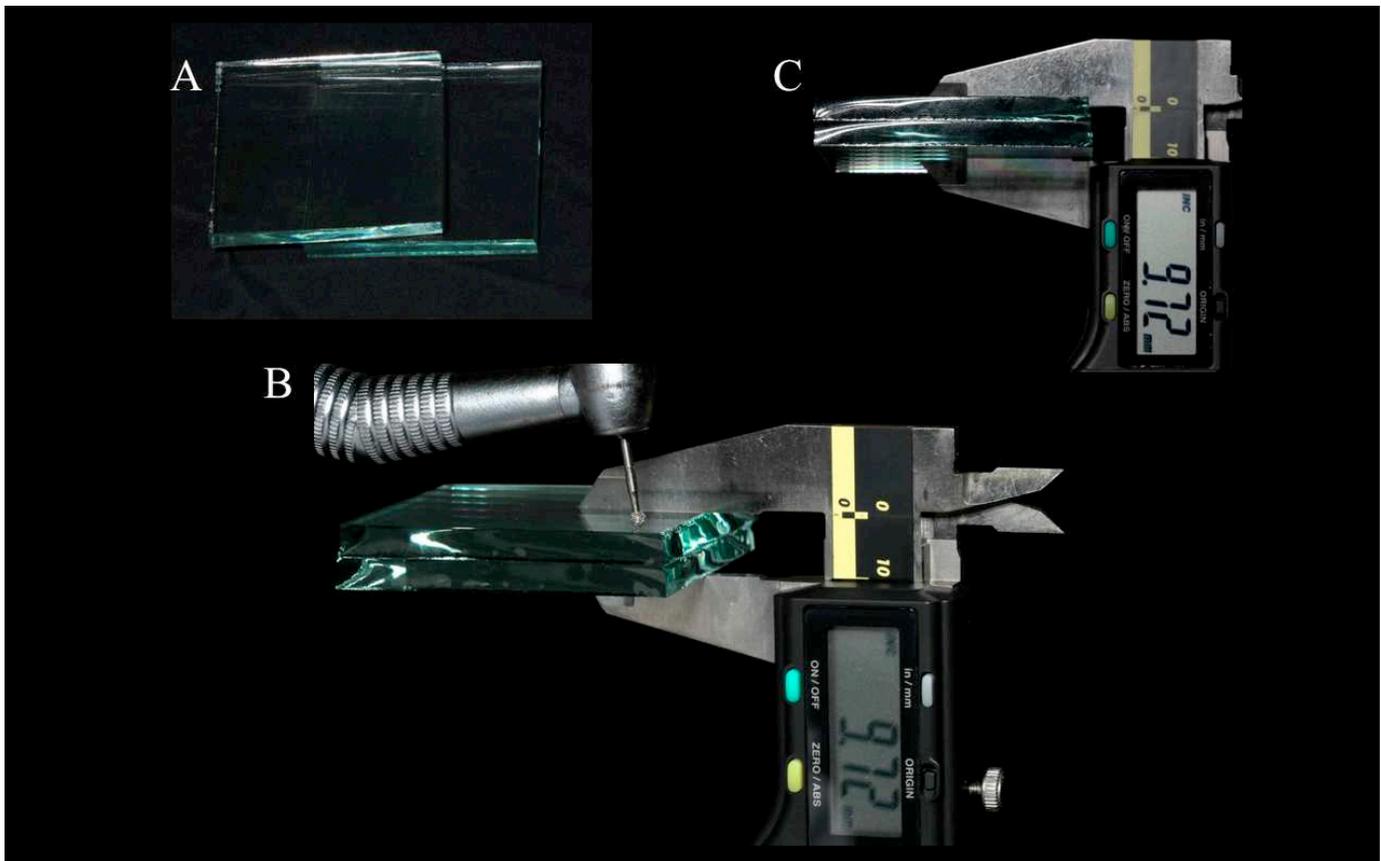


Figura 13 – (A): Placas de vidro utilizadas para avaliação da espessura de película; (B): Marcação das placas com ponta diamantada em alta rotação; (C): Mensuração das placas em contato.

Após 1 minuto, a carga foi removida e o cimento resinoso foi fotoativado por 1 minuto com o aparelho aparelho LED 3ª geração Bluephase G2 com irradiância de 1200 mW/cm^2 (Figura 15) e a espessura da combinação entre placas de vidro e cimento resinoso foi mensurada (segunda mensuração). Foram realizadas cinco medidas ($n=5$) para cada cimento e a espessura de película dos cimentos resinosos foi registrada através da diferença entre a primeira mensuração (sem cimento resinoso) e a segunda mensuração (com cimento resinoso entre as placas).

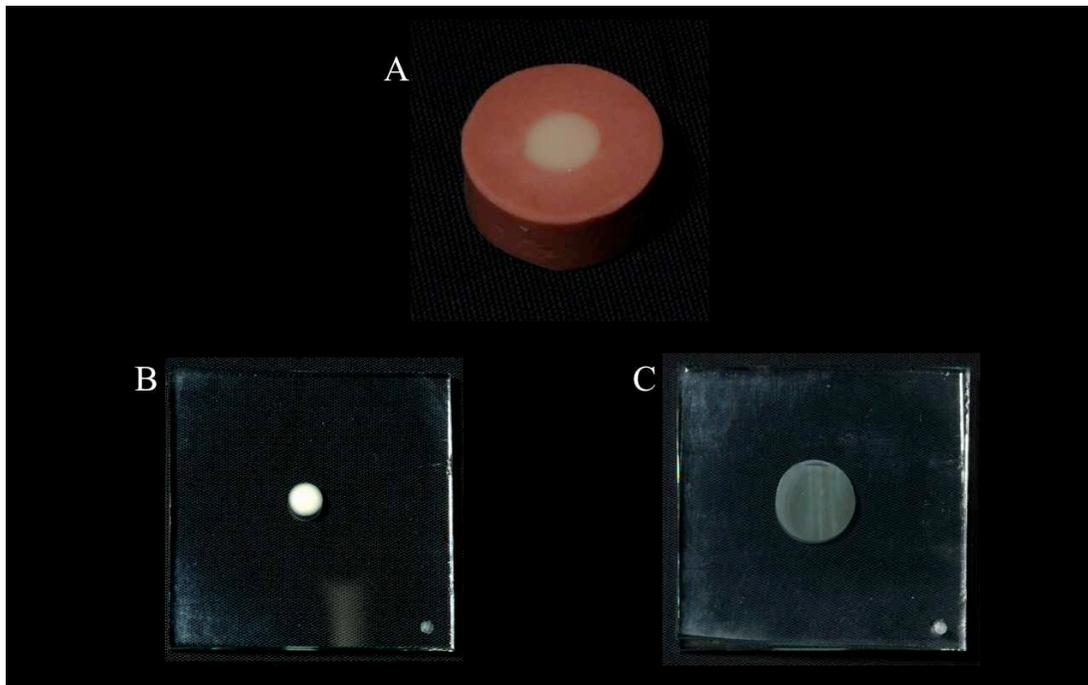


Figura 14 – (A): Padronização do volume de cimento com matriz de silicone; (B): Cimento dispensado no centro de uma das placas de vidro ; (C): Posicionamento da placa superior pressionando o cimento contra a placa inferior.

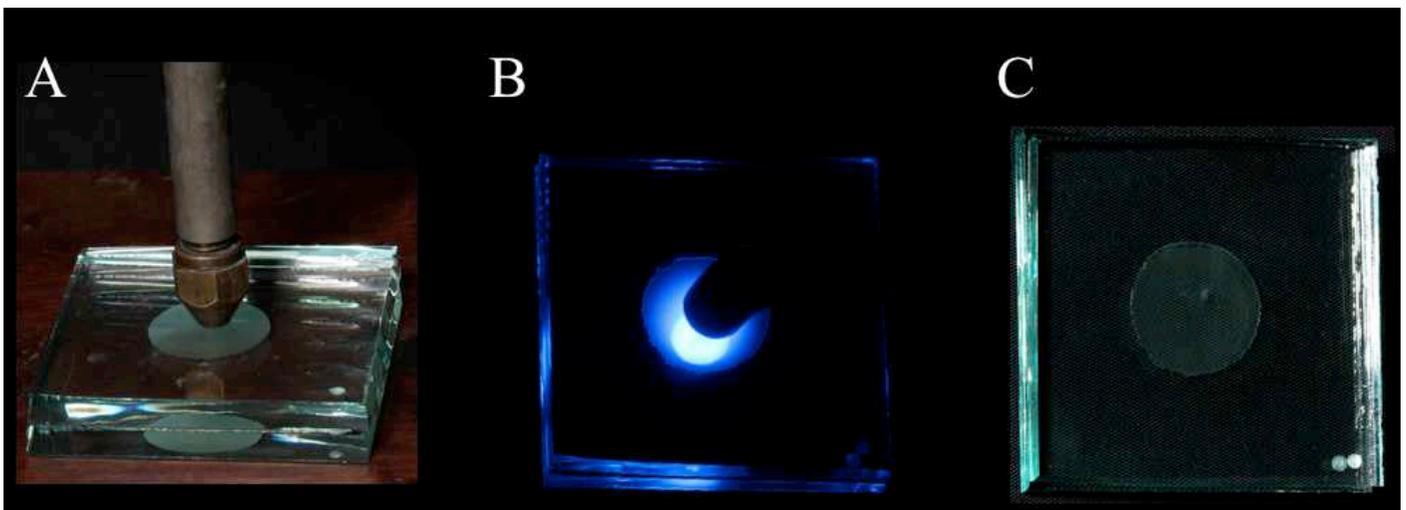


Figura 15 – (A): Aplicação de carga de 500g por 1 minuto; (B): Fotoativação do cimento com LED 3ª geração Bluephase G2 ; (C): Obtenção da película de cimento após fotoativação.

4.7 – Ensaio de microtração

Após armazenamento em umidade relativa contendo água destilada, a 37°C por 24 horas, as amostras foram submetidas à fase de seccionamento em cortadeira metalográfica Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) (Figura 16A), utilizando disco diamantado dupla-face (Dia. Wafer Blade, Extec Corp., Enfield, CT, USA) sob refrigeração. Cada amostra teve a superfície de base e topo pintadas propositalmente para facilitar a diferenciação das superfícies correspondentes à interface adesiva dos palitos no momento da análise do padrão de fratura. Primeiramente, as amostras foram fixadas em uma base de acrílico com cera pegajosa e, logo após, seccionadas perpendicularmente à interface de união nos planos X e Y com ângulo de 90° entre os cortes, obtendo-se espécimes em forma de palito com, aproximadamente, 1 mm² de área da interface adesiva (Figura 16B). Em seguida, os palitos foram fixados ao dispositivo de microtração utilizando cola à base de cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite Ltda, São Paulo, Brasil) mantendo a interface adesiva livre e posicionada no centro do dispositivo. O dispositivo foi fixado à máquina de ensaio EMIC DL 2000, com velocidade constante de 0,5 mm/min, até ocorrer a fratura (Figuras 17A e 17B). Um total de 30 palitos foram obtidos por amostra. A média dos palitos foi obtida, sendo esta considerada a média do espécime. Dessa maneira, para a análise estatística, a unidade experimental foi o bloco de cerâmica.

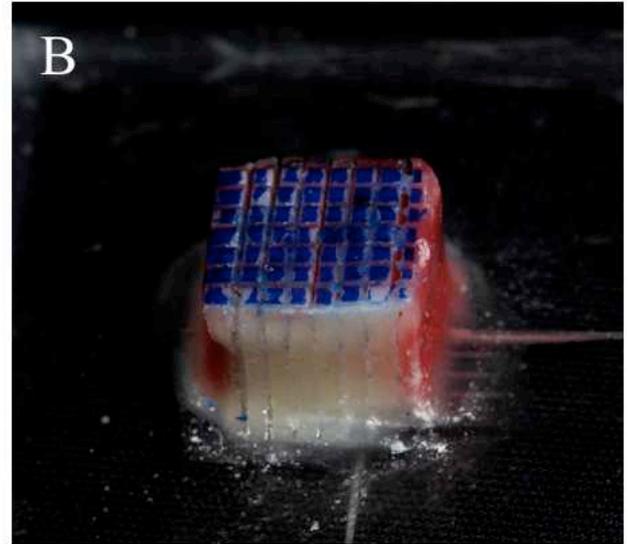
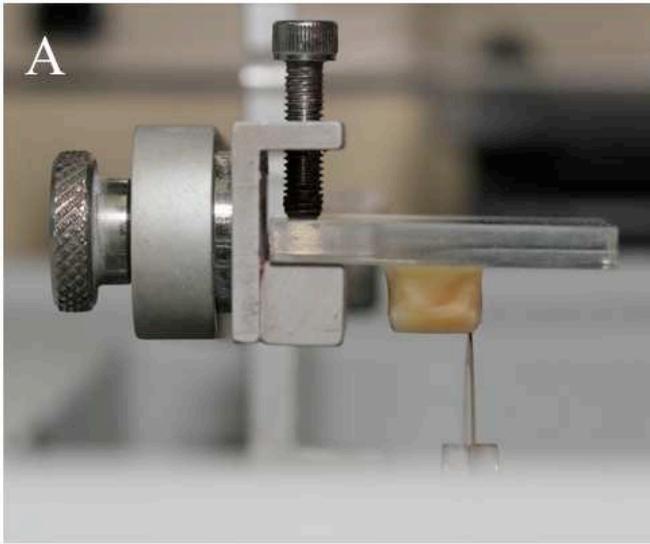


Figura 16 – A: Amostra fixada em placa de acrílico para realização dos cortes na máquina ISOMET; B: Cortes realizados perpendicularmente à interface de união para obtenção de palitos.

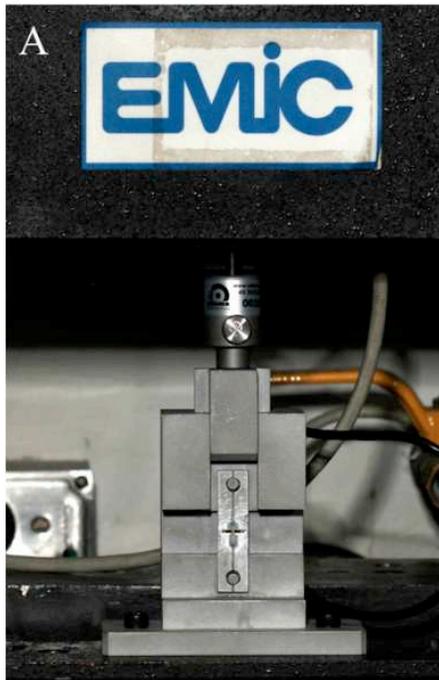


Figura 17 – A: Palito posicionado no dispositivo de microtração acoplado à máquina de ensaio universal EMIC DL 2000; B: Palito logo após a fratura com a interface adesiva livre de cianoacrilato.

Os valores numéricos no ensaio foram obtidos em kgf e transformados em mPa por meio da fórmula:

$$Ru = (F / A). 0,0981$$

Onde Ru = resistência de união, F = carga necessária para fraturar o espécime, A = área da interface de união em cm² e 0,0981 = constante para transformação das unidades Kgf / cm² em Mpa.

4.8 – Análise estatística

Os valores de resistência de união foram submetidos a Análise de Variância a dois critérios e teste Tukey, a um nível de significância de 5%. Os resultados de espessura de película foram analisados através de Análise de Variância a um critério e teste Tukey, a um nível de significância de 5%.

4.9 – Análise do padrão de fratura

Após o ensaio de microtração, os palitos fraturados foram analisados em Lupa estereoscópica (Leica MZ75) com 40x de aumento. Os padrões de fratura foram classificados em: falha adesiva (Tipo I), falha coesiva na cerâmica (Tipo II), ou falha mista envolvendo cimento resinoso, cerâmica e resina composta (Tipo III).

Em seguida, os palitos foram fixados em *stubs* de acrílico, com auxílio de fita dupla face de carbono e resina composta para posteriormente serem recobertos por ouro metalizado num aparelho Dental Vacuum II regulado para 49 mA e 150 segundos.

As amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM 5600LV – Jeol Inc., Peabody, MA, EUA) operando a 15 kV, para obtenção de imagens representativas de cada padrão de fratura.

5 – RESULTADOS

5.1 – Imagens do padrão de fratura

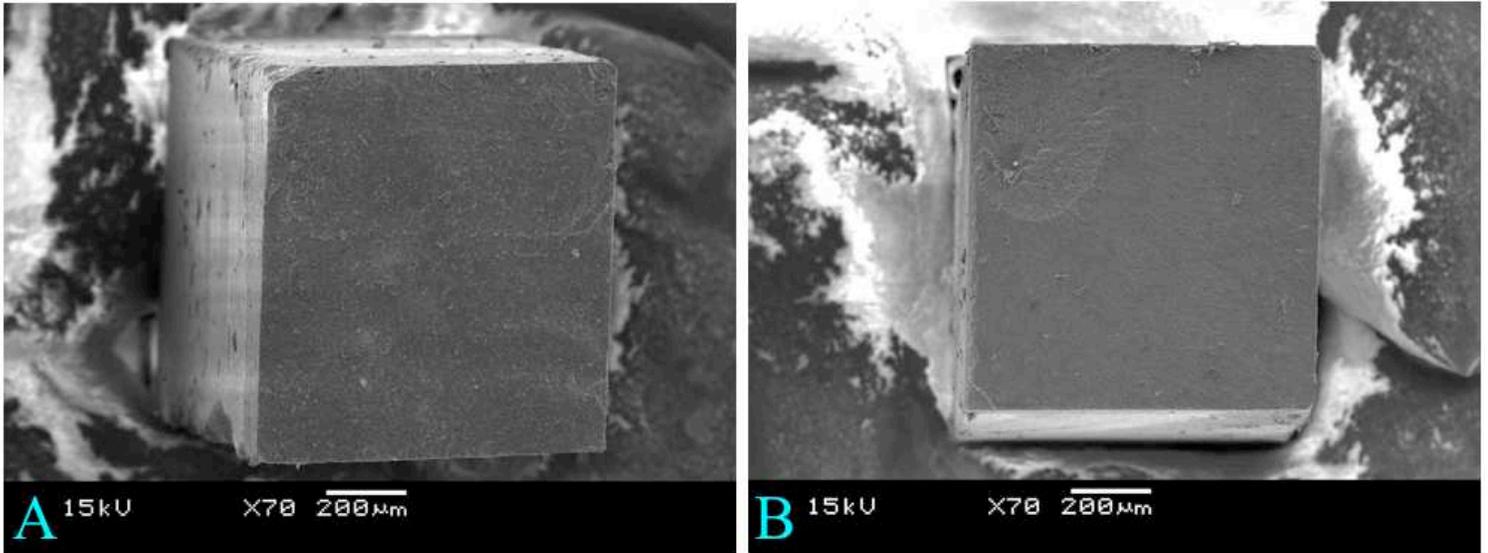


Figura 18 – Fotomicrografia ilustrativa do padrão de falha adesiva (Tipo I) obtida após ensaio mecânico de microtração (70X). A: Face do palito correspondente à cerâmica. B: face do palito correspondente à resina composta fotoativada.

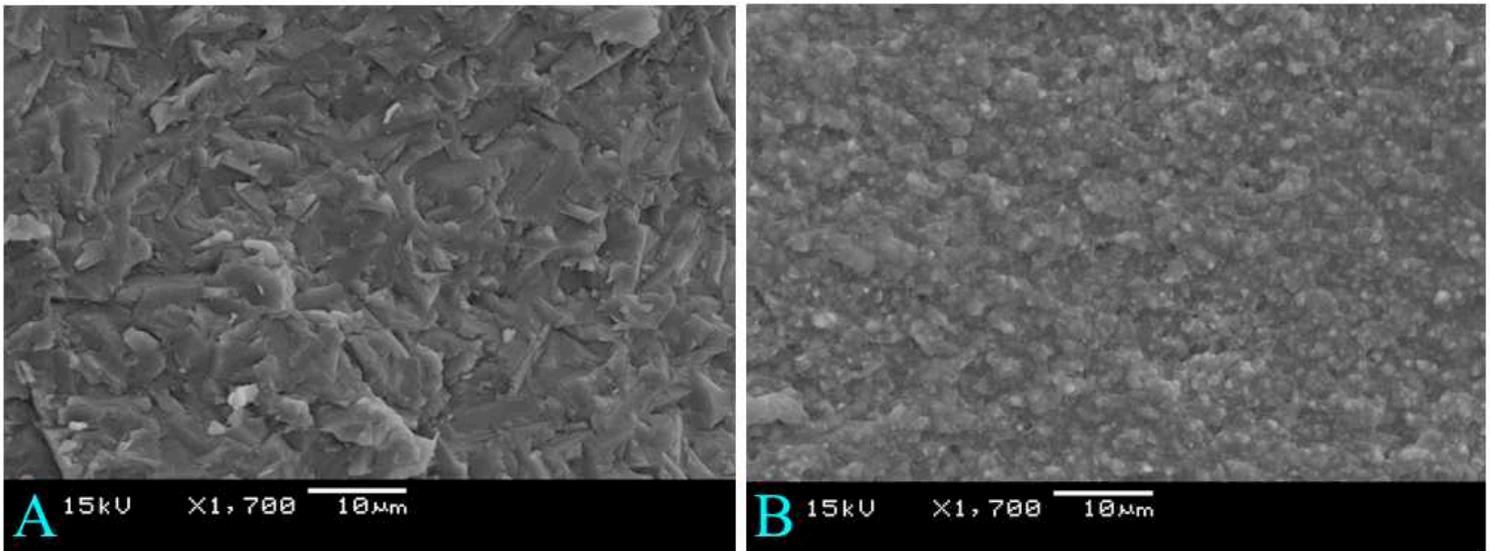


Figura 19 – Fotomicrografia ilustrativa do padrão de falha adesiva (Tipo I) obtida após ensaio mecânico de microtração (1.700X). A: Presença dos cristais da cerâmica. B: Partículas de carga esféricas dos componentes resinosos.

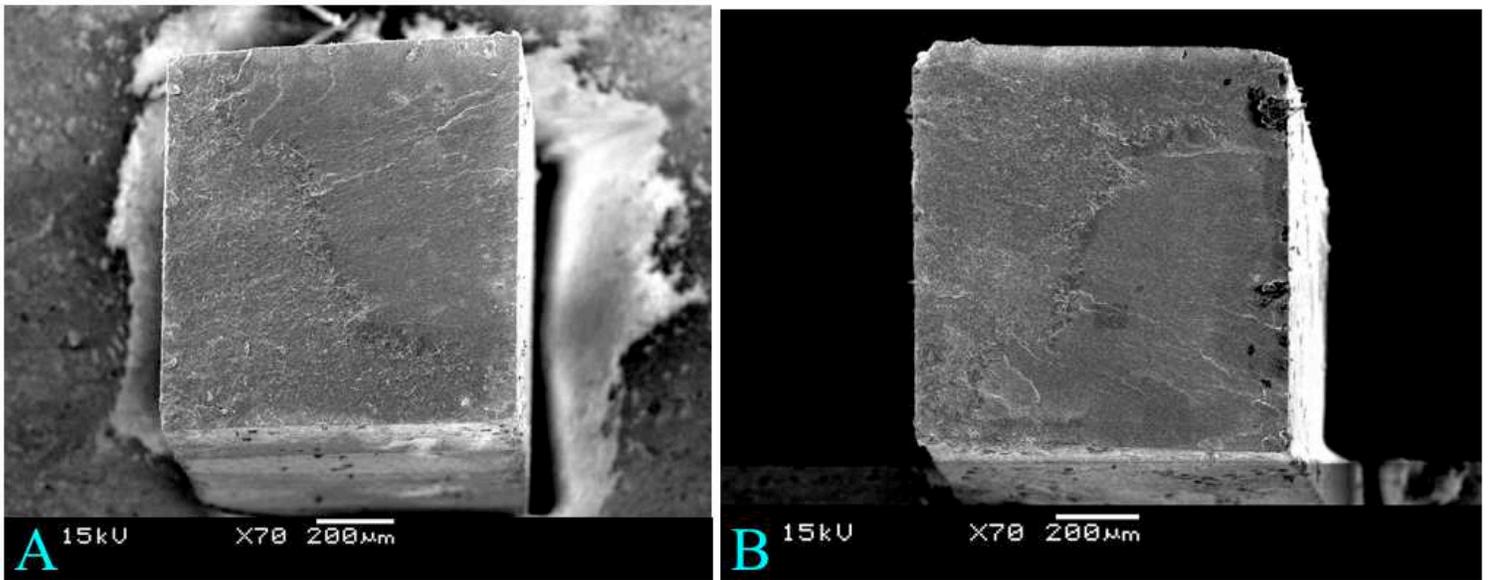


Figura 20 – Fotomicrografia ilustrativa do padrão de falha mista (Tipo III) obtida após ensaio mecânico de microtração (70X).

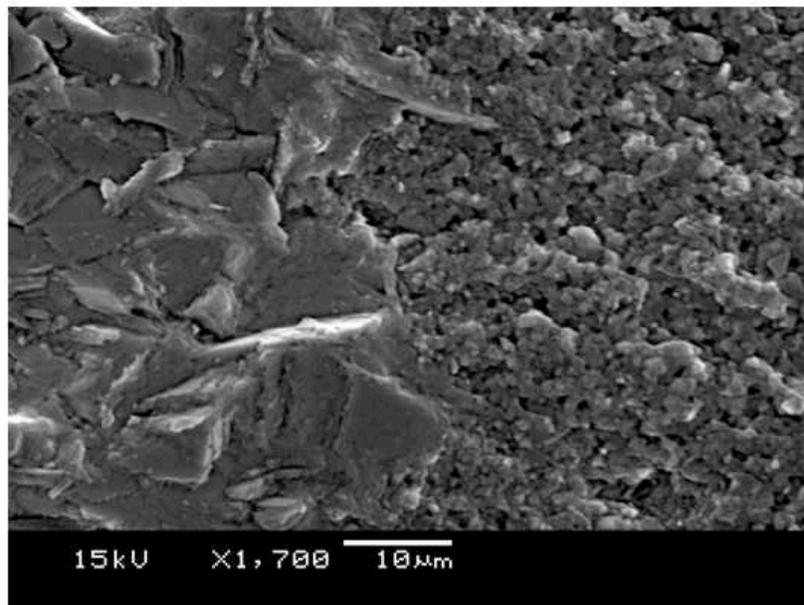


Figura 21 – Fotomicrografia ilustrativa do padrão de falha mista (Tipo III) obtida após ensaio mecânico de microtração (1.700X). Limite entre os cristais da cerâmica e as partículas de carga dos componentes resinosos.

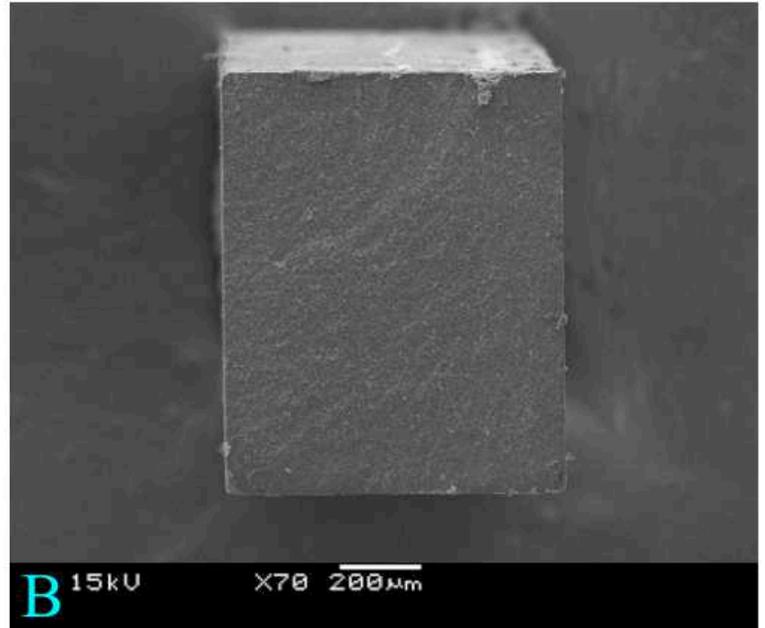
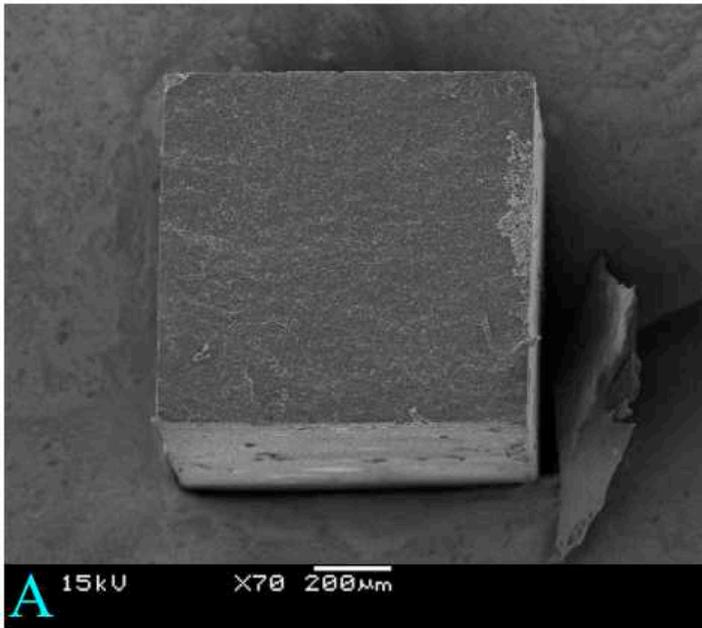


Figura 22 – Fotomicrografia ilustrativa do padrão de falha coesiva em cerâmica (Tipo II) obtida após ensaio mecânico de microtração (70X).

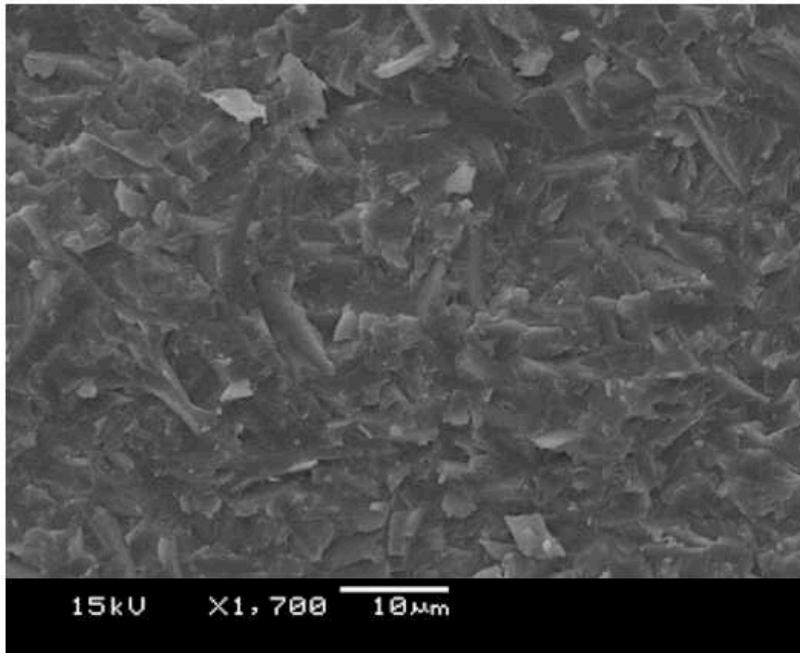


Figura 23 – Fotomicrografia ilustrativa do padrão de falha coesiva em cerâmica (Tipo II) obtida após ensaio mecânico de microtração (1.700X). Presença de cristais da cerâmica nas duas faces do palito.

5.2 – Resistência de união

Os fatores “cimento” e “protocolo adesivo” foram significantes, assim como a interação entre eles. Em relação à cimentação sem a utilização de adesivo, o cimento contendo 2mol% de DPIHFP apresentou os menores valores de união. O cimento RelyX ARC obteve resistência de união superior aos demais cimentos experimentais, tanto nos grupos com aplicação como sem o uso do sistema adesivo.

Para os cimentos RelyX ARC e o cimento experimental contendo 2mol% de DPIHFP, o uso de adesivo foi significativo. Para os demais cimentos, tanto os grupos com, como sem uso de adesivo foram semelhantes. Os dados podem ser observados na Tabela 3.

Tabela 3. Médias (Mpa) (e desvios-padrão) da resistência de união à cerâmica em relação aos grupos avaliados.

Cimentos	Protocolo Adesivo	
	Silano	Silano + Adesivo
RelyX ARC	(G1) 48,21 (4,1) Ba	(G7) 59,76 (7,9) Aa
0% DPIHFP	(G2) 36,32 (5,5) Ab	(G8) 34,67 (4,5) Ab
0,25% DPIHFP	(G3) 38,92 (4,4) Ab	(G9) 38,51 (5,0) Ab
0,5% DPIHFP	(G4) 36,29 (9,2) Ab	(G10) 36,6 (5,8) Ab
1% DPIHFP	(G5) 36,16 (6,2) Ab	(G11) 36,85 (6,2) Ab
2% DPIHFP	(G6) 23,00 (5,8) Bc	(G12) 43,00 (7,4) Ab

Letras distintas indicam diferença estatística significativa. Letras maiúsculas comparam protocolo adesivo dentro de cimento. Letras minúsculas comparam cimentos dentro de protocolo adesivo. (ANOVA two-way e Teste de Tukey, $\alpha=0.05$).

5.3 – Padrão de fratura

A distribuição dos padrões de fratura podem ser analisados no Gráfico 1. Podemos observar que em todos os grupos houve predominância do padrão de fratura mista

(tipo III) e uma quantidade menor de fraturas adesivas (tipo I), o que indica que no geral, houve um íntimo contato e boa penetração dos componentes resinosos na cerâmica.

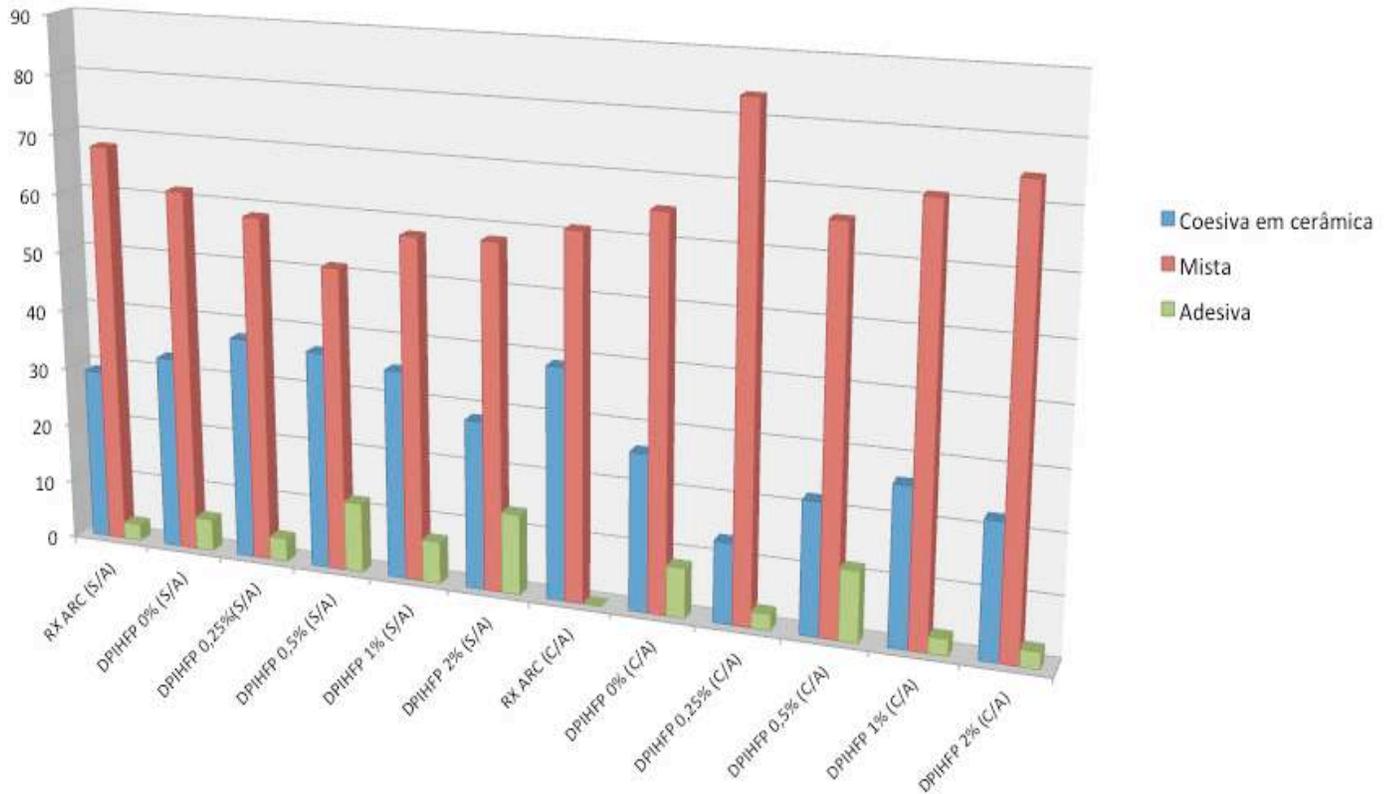


Gráfico 1. Análise do padrão de fratura (%) dos palitos após rompimento da interface de união.

5.4 – Espessura de película

O cimento resinoso de dupla ativação RelyX ARC apresentou maiores valores de espessura de película diferindo estatisticamente dos cimentos resinosos experimentais fotoativados. Não houve diferença estatística entre os valores de espessura para os cimentos resinosos experimentais. Os dados podem ser observados no Gráfico 2.

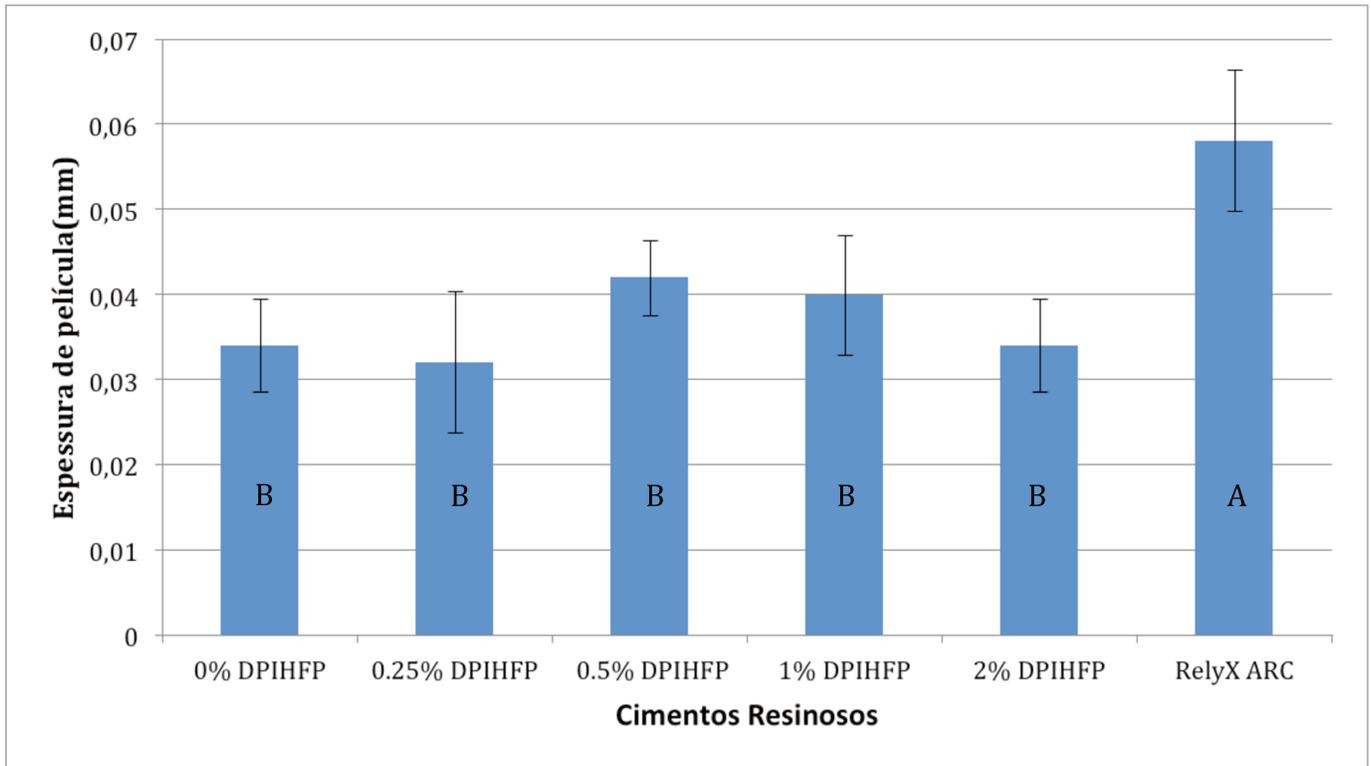


Gráfico 2. Análise da espessura de película (mm) dos cimentos resinosos utilizados no estudo.

6 - DISCUSSÃO

A aplicação do adesivo acarretou um aumento nos valores de resistência de união somente nos grupos em que foram utilizados o cimento RelyX ARC e o cimento experimental contendo 2mol% de DPIHFP. O cimento resinoso RelyX ARC possui entre 60 a 70% de carga em peso, diferente dos 60% apresentado pelos cimentos resinosos experimentais avaliados. Conforme descrito na literatura, quanto maior a quantidade de carga no compósito, maior se torna a sua viscosidade (Lee *et al.*, 2006). Compósitos mais viscosos tendem a formar uma linha de cimentação mais espessa, como observado no presente estudo, devido a capacidade limitada de escoamento, o que gera menores valores de resistência de união (Cekic-Nagas *et al.*, 2010). Além disso, a maior viscosidade do sistema impossibilita a adequada penetração do cimento nas microrretenções na cerâmica promovidas pelo condicionamento ácido. A maior fluidez do adesivo possibilitou um melhor molhamento da superfície, com preenchimento das irregularidades da cerâmica causadas pelo condicionamento ácido, promovendo melhor retenção micromecânica e, conseqüentemente, maior resistência de união. Os resultados do presente estudo são corroborados pelos achados de Naves *et al.* (2010). Além do preenchimento das microrretenções, a aplicação do cimento sobre a camada de adesivo não polimerizada provoca uma mistura entre os dois compósitos resinosos (Aguilar *et al.*, 2012) originando um compósito mais fluido, com melhor capacidade de escoamento. Esta interação faz com que o complexo cimento-adesivo funcione como um composto único na interface adesiva, com o escoamento adequado para penetrar nas irregularidades e com excelentes propriedades mecânicas, talvez melhoradas devido a um possível aumento no grau de conversão ocasionado pelo aumento na concentração de um dos componentes responsável pela polimerização catiônica dos compósitos envolvidos, o trifenilantimônio.

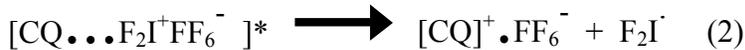
O sistema iniciador do adesivo Scotchbond Multipurpose e do cimento RelyX ARC, utilizados no presente estudo, contém trifenilantimônio ($C_{18}H_{15}Sb$) em sua

composição, um composto organometálico utilizado na polimerização catiônica de hidrocarbonetos. A característica principal dessa reação é o uso de ácidos que possuem ânions de baixa nucleofilicidade (grau ou nível de reatividade do ânion) para iniciar a reação de polimerização doando um próton ao hidrocarboneto. Sais de iodônio, são mais propensos a formar esse ácido através da reação com o ânion antimônio (Crivello & Lam, 1977; Crivello & Dietliker, 1998). Porém, o fabricante não comprova a existência desse tipo de sal na composição do material. Possivelmente, o aumento na concentração de trifenilantimônio poderia levar a uma maior reatividade na polimerização catiônica através do aumento na produção de ácidos. Dessa forma, isso levaria à obtenção de melhores propriedades mecânicas ocasionado pela interação entre cimento e adesivo, acarretando um aumento nos valores de união.

Ao se observar os valores obtidos pelos cimentos experimentais, com exceção do cimento contendo 2 mol% de DPIHFP, a aplicação de adesivo não promoveu aumento nos valores de união à cerâmica. Sendo assim, pode-se especular que o motivo dos valores reduzidos de união sem adesivo com o cimento de 2 mol% não seja a alta viscosidade como observado para o cimento RelyX ARC. Estes valores podem ser explicados pela reação de polimerização apresentada pelo cimento. Os esquemas abaixo apresentam a interação do DPIHFP com os componentes no cimento. De acordo com o esquema I, quando a canforoquinona é exposta à luz azul, um estado exciplex se forma (Equação 1) e o sal de iodônio é reduzido pela transferência de um elétron (Equação 2) formando um radical difeniliodo, que por ser instável, se decompõe rapidamente em um radical cátion ariliodo feniliodo e um radical livre arilfenil altamente reativo (Equação 3), tornando a reação irreversível. O radical livre fenil é efetivo na iniciação da reação de polimerização de metacrilatos (Equação 4), e os radicais metacrilato gerados na propagação da polimerização promovem clivagem da ligação carbono-iodo, cuja energia de ligação é muito baixa (entre 26 e 27 Kcal/mol) (Equação 5), liberando outro radical fenil e proporcionando aumento da reatividade do sistema obtido. No esquema II (Equação 6), podemos observar que o radical formado pelo estado exciplex entre canforoquinona e DPIHFP ($[CQ...F_2I^+FF_6^-]^*$) reage

posteriormente com a amina formando um radical amina (que também é responsável pela iniciação da reação de polimerização) e ao mesmo tempo regenera o sal de iodônio, podendo este reagir futuramente com uma nova canforoquinona excitada. (Adaptado de Ogliari *et al.*, 2007).

Esquema I



Esquema II



CQ = Canforoquinona; $\text{R}_2\text{NCHR}'$ = Amina; $\text{F}_2\text{I}^+\text{FF}_6^-$ = Hexafluorofosfato de difeniliodônio; F_2I = Difeniliodo; M = Metacrilato

O aumento da concentração de DPIHFP acarreta um aumento na reatividade do meio, através da maior formação de radicais livres, responsáveis pelo início da reação de polimerização (Gomez *et al.*, 2003). Devido à alta concentração de DPIHFP, possivelmente ocorreu uma alta taxa de formação de radicais livres no momento da polimerização, em comparação com os demais cimentos. Esta disponibilidade de radicais pode ter levado a uma maior reatividade em menor tempo, acarretando a terminação prematura das cadeias em formação, promovendo a formação de um polímero com qualidade inferior, interferindo

negativamente na resistência de união do sistema. Entretanto, quando misturado ao adesivo, essa alta concentração de DPIHFP passou a reagir não só com o sistema iniciador do cimento, como também com o iniciador do adesivo, uma vez que cimento e adesivo foram polimerizados no mesmo momento. Como citado anteriormente, o trifenilantimônio presente no sistema iniciador do adesivo Scotchbond Multipurpose pode reagir com o sal de iodônio e formar o ácido responsável pela polimerização catiônica. Essa reação forma um super ácido Bronsten através do ânion hexafluorofosfatoantimoniato (SbF_6^-) (Crivello & Lam, 1977; Crivello & Dietliker, 1998). Dessa forma, a reatividade do sistema seria controlada e melhorada, possibilitando a obtenção de melhores propriedades mecânicas devido à associação de sistemas de polimerização distintos (por adição de radicais livres e catiônica), acarretando um aumento nos valores de união do cimento contendo 2 mol% de DPIHFP após a utilização conjunta com o sistema adesivo em questão. Isso não foi observado nos demais cimentos experimentais porque a concentração de DPIHFP foi inferior a ponto de não existir uma quantidade suficiente para reagir com o agente trifenilantimônio.

Analisando-se a comparação entre os cimentos experimentais e a referência comercial, o cimento RelyX ARC obteve os maiores valores de resistência de união tanto nos grupos com aplicação como nos grupos sem o uso do adesivo, comparados aos cimentos resinosos experimentais avaliados. Estes resultados podem ser justificados pela diferente composição dos cimentos avaliados. O cimento resinoso RelyX ARC apresenta entre 60 a 70% de carga incorporada ao cimento, superior ao presente nos cimentos experimentais testados. A maior quantidade de carga pode acarretar em melhores propriedades mecânicas do material que, conseqüentemente promoveram um elo mais forte entre os materiais, acarretando maiores valores na resistência de união avaliada. Outro fator que não pode ser descartado é a possibilidade de maior conversão do sistema dual frente aos cimentos fotoativados avaliados, que podem ter possibilitado a polimerização de um cimento com melhores propriedades mecânicas, e influenciado positivamente na união do conjunto.

Analisando somente os cimentos experimentais, não houve diferenças entre os cimentos contendo DPIHFP em relação ao cimento sem a adição do sal. Apesar da reação de fotopolimerização depender da interação entre iniciadores e co-iniciadores com monômeros para formação de cadeias poliméricas, um dos principais responsáveis pelo grau de conversão de compósitos é a densidade de energia (J/cm^2) que atinge o material resinoso (Sakaguchi & Berge, 1998; Lohbauer *et al.*, 2005; Ozturk *et al.*, 2005). Apesar da cerâmica ter promovido um efeito atenuante na luz aplicada, a densidade de energia utilizada na irradiação dos espécimes foi alta (60 s - $72 J/cm^2$), a fim de simular uma situação clínica de cimentação de restauração indireta *metal-free*. Moraes *et al.* (2008), observou uma redução de 58% na intensidade de luz quando aplicada através de discos de cerâmica IPS Empress Esthetic (8 mm de diâmetro e 2 mm de espessura na cor A3). No presente estudo, os espécimes testados apresentavam 3mm de espessura e uma cor mais opaca (MO1). Assim, houve uma redução de 70% na densidade de energia aplicada, diminuindo para $21 J/cm^2$. Um estudo prévio demonstrou que $14 J/cm^2$ de energia é capaz de polimerizar adequadamente compósitos com espessura de 2 mm (Cunha *et al.*, 2008). Considerando que a camada de cimento entre a cerâmica e o bloco de resina no presente estudo foi em torno de 50 a 100 μm , a energia aplicada sobre o cimento foi suficiente para promover adequada polimerização e, conseqüentemente, adequada união, mesmo quando os blocos foram fixados com o cimento sem a adição de DPIHFP.

As informações do fabricante sobre a formulação de um determinado produto permite o levantamento de hipóteses que ajudam a entender o comportamento de cada componente e como ocorre a reação de acordo com suas propriedades físico-químicas. Diante do que foi apresentado por esse estudo, futuras pesquisas devem ser realizadas visando aprimorar o sistema iniciador de cimentos resinosos experimentais fotoativados com o objetivo de aumentar o grau de conversão, estabelecer melhores propriedades mecânicas e assim, obter valores de resistência de união que sejam não só equiparáveis aos de um cimento comercial de dupla ativação, mas eficientes a ponto de superar as suas limitações.

7 - CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos podemos concluir que:

- O cimento de dupla ativação apresentou resistência de união à cerâmica superior em relação aos cimentos experimentais fotoativados.
- A aplicação da camada adesiva foi importante para os cimentos RelyX ARC e DPIHFP 2mol%, promovendo um aumento dos valores de união à cerâmica nestes grupos.
- A adição de DPIHFP não foi capaz de aumentar os valores de união dos cimentos experimentais avaliados.
- O cimento resinoso de dupla ativação RelyX ARC apresentou maiores valores de espessura de película quando comparado aos demais cimentos resinosos experimentais fotoativados.

REFERÊNCIAS

Aguiar TR, Andre CB, Arrais CAG, Bedran-Russo AK, Giannini M. Micromorphology of resin-dentin interfaces using self-adhesive and conventional resin cements: A confocal laser and scanning electron microscope analysis. *Int J Adhesion & Adhesives*. 2012; 38: 69-74.

Anusavice KJ (1996) *Philips Science of Dental Materials*, ed. 10. Philadelphia: Saunders.

Borges GA, Spohr AM, De Goes MF, Correr-Sobrinho L, Chan DNC. Effect of etching particle abrasion in the microstructure of different dental ceramics. *J Prost Dent*. 2003; 89(5): 479-88.

Burke FJ, Flemming GI, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Aesthet Dent*. 2002; 4: 7-22.

Cekik-Nagas I, Canay S, Sahin E. Bonding of resin core materials to lithium disilicate ceramics: The effect of resin cement film thickness. *Int J Prosthodontics*. 2010; 23(5): 469-471.

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

Crivello JV, Lam JH. Diaryliodonium salts - new class of photo-initiators for cationic polymerization. *Macromolecules* 1977; 10: 1307-1315.

Crivello, J. V.; Dietliker, K. In *Photoinitiators for Free Radical Cationic and Anionic Photopolymerisation*; Bradley, G., Ed.; Wiley: New York, 1998; Vol. 3, p 374.

Cunha LG, Alonso RCB, Correr GM, Brandt WC, Correr-Sobrinho L, Sinhorette MAC. Effect of different photoactivation methods on the bond strength of composite resin restorations by push-out test. *Quintessence Int*. 2008; 39(3): 243-249.

el-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent.* 1999; 24: 38-44.

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater.* 2006; 22: 211-222.

Gómez ML, Avila V, Montejano HA, Previtali CM. A mechanistic and laser flash photolysis investigation of acrylamide polymerization photoinitiated by the three component system safranin-T/triethanolamine/diphenyliodonium chloride. *Polymer.* 2003; 44: 2875-2881.

Gonçalves LS. Avaliação de cimentos resinosos experimentais contendo diferentes concentrações de um sal derivado do difeniliodônio [tese]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2011.

Groten M, Probst L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1997; 10:169-177.

Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhorette MAC, Correr-Sobrinho L. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent.* 2012; in press.

Kukiattrakoon B, Thammasitboon K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(1): 17-23.

Lee JH, Um CM, Lee IB. Rheological properties of resin composites according to variations in monomer and filler composition. *Dent Mater.* 2006; 22: 515-526.

Lohbauer U, Rahiotis C, Kramer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent Mater.* 2005; 21: 608-615.

Lu H, Powers JM. Color stability of resin cements after accelerated aging. *American J of Dent.* 2004; 17: 354–358.

Moraes RR, Brandt WC, Naves LZ, Correr-Sobrinho L, Piva E. Light- and time-dependent polymerization of dual-cured resin luting agent beneath ceramic. *Acta Odontol Scand.* 2008; 66: 257-261.

Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppim-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008; 85:160-165.

Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho L. Surface/Interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent.* 2010; 35(4): 420-427.

Ogliari FA, Ely C, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. Onium salt improves the polymerization kinetics in an experimental dental adhesive resin. *J Dent.* 2007; 35: 583-587.

Oh WS, Shen C, Alegre B, Anusavice KJ. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(6): 616-21.

Ozturk N, Usumez A, Usumez S, Ozturk B. Degree of conversion and surface hardness of resin cement cured with different curing units. *Quintessence Int.* 2005; 36: 771-777.

Prieto LT, Souza-Junior EJ, Araújo CTP, Lima AF, Dias CTS, Paulillo LAMS. Knoop hardness and effectiveness of dual –cured luting systems and flowable resin to bond leucite-reinforced ceramic to enamel. *J Prosthodont.* 2013; 22: 54–58.

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

Ruttermann S, Dluzhevskaya I, Grosssteinbeck C, Raab WH, Janda R. Impact of replacing Bis-GMA and TEGDMA by other commercially available monomers on the properties of resin-based composites. *Dent Mater.* 2010; 26: 353-359.

Sakaguchi RL, Berge HX. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent.* 1998; 26: 695-700.

Santos-Daroz CB, Oliveira MT, Góes MF, Nikaido T, Tagami J, Giannini M. Bond strength of a resin cement to dentin using the resin coating technique. *Braz Oral Res.* 2008; 22(3): 198-204.

Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB. Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent.* 2006; 31: 384-389.

Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil.* 1994; 21: 565-575.

Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dent Mater.* 2005; 21: 27-35.

Watts DC, Cash AJ. Analysis of optical transmission by 400-500 nm visible light into aesthetic dental biomaterials. *J Dent.* 1994; 22: 112-117.

Yavuz T, Dilber E, Kara HB, Tuncdemir AR, Ozturk AN. Effects of different surface treatments on shear bond strength in two different ceramic systems. *Lasers Med Sci.* 2012; in press.

Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J.* 2011; 22(1): 45-50.