



**UNICAMP**

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



**LUCIANA ANDREA SALVIO**

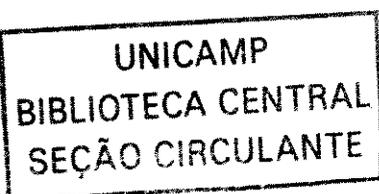
Cirurgiã - Dentista

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E DO TEMPO DE  
ARMAZENAGEM EM ÁGUA SOBRE A RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DA UNIÃO  
ENTRE CERÂMICA DE INFRA-ESTRUTURA IPS EMPRESS 2 E AGENTE  
CIMENTANTE**

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

**Piracicaba – SP**

**2003**



07361300  
200319370

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

LUCIANA ANDREA SALVIO  
Cirurgiã - Dentista

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E DO TEMPO DE  
ARMAZENAGEM EM ÁGUA SOBRE A RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DA UNIÃO  
ENTRE CERÂMICA DE INFRA-ESTRUTURA IPS EMPRESS 2 E AGENTE  
CIMENTANTE**

**Orientador:**

Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho - FOP/UNICAMP

**Banca Examinadora:**

Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho  
Prof. Dr. Simonides Consani  
Prof. Dr. Manoel Damião de Souza Neto

Este exemplar foi devidamente corrigido,  
de acordo com a Resolução CCPG-036/83

CPG. 24/104/2007

Assinatura do Orientador

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

**Piracicaba – SP**

**2003**

UNIDADE	80
Nº CHAMADA	TIUNICAMP Sa 39i
V	EX
TOMBO BCI	54155
PROC.	124/03
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	04/10/03
Nº CPD	

CM001B5455-9

BIB ID 293708

### Ficha Catalográfica

Sa39i

Salvio, Luciana Andrea.

Influência do tratamento de superfície e do tempo de armazenagem em água sobre a resistência à tração da união entre cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 e agente cimentante. / Luciana Andrea Salvio. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2003. xviii, 114p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho.  
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cerâmica odontológica. 2. Morfologia. 3. Materiais dentários.  
I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA  
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 17 de Fevereiro de 2003, considerou a candidata LUCIANA ANDREA SALVIO aprovada.

1. Prof. Dr. LOURENCO CORRER SOBRINHO

Handwritten signature of Lourenco Correr Sobrinho in cursive script.

2. Prof. Dr. MANOEL DAMIÃO DE SOUSA NETO

Handwritten signature of Manoel Damiano de Sousa Neto in cursive script.

3. Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

Handwritten signature of Simonides Consani in cursive script.

“...Tendo em vista a realização de uma educação perfeita, é preciso desenvolver o espírito crítico na inteligência do jovem. O ensino deveria ser assim: quem o receba o recolha como um dom inestimável, mas nunca como uma obrigação penosa.”

**Albert Einstein**

## **Agradecimentos Especiais**

A Deus, Senhor de toda sabedoria.

Aos meus pais, Claudinei e Suzana,  
por tudo nesta vida, conduzindo com firmeza e segurança meus passos e apoio  
nas horas difíceis.

Às minhas irmãs, Ana Gabriela e Ana Carolina,  
pela confiança, pelos conselhos e verdadeira amizade.

E a todos meus familiares pelo carinho,  
compreensão e apoio recebidos.

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, pela  
competência científica proporcionando orientação segura no transcorrer deste  
trabalho e pela confiança demonstrada durante o curso.

## **Agradecimentos**

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor Prof. Dr. Thalles Rocha de Mattos Filho e do Diretor Associado Prof. Dr. Oslei Paes de Almeida.

Ao Prof. Dr. Simonides Consani, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pelo convívio e pelos conhecimentos transmitidos durante o Programa de Pós-Graduação.

Ao Prof. Dr. Mário Fernando de Goes, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela formação de espírito crítico durante o Programa de Pós-Graduação.

Ao Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Professor Doutor da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade e orientação científica desde o início de minha formação profissional. Neste trabalho, em especial, pela realização da análise estatística.

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Regina Maria Puppim Rontani, Professora Doutora da Área de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pelos conhecimentos transmitidos durante o Programa de Pós-Graduação.

Ao Engenheiro Mecânico Marcos Blanco Cangiani, Técnico Especializado da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade e constante auxílio na solução das dificuldades encontradas durante o Programa de Pós-Graduação e ajuda na confecção dos corpos-de-prova.

À funcionária Selma Aparecida Barbosa Segalla, Técnica de Laboratório da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade, confiança, carinho, paciência e presteza durante o Programa de Pós - Graduação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela concessão de bolsa de mestrado.

À funcionária Marilene Girello, pela organização das referências bibliográficas.

Ao meu colega, Murilo Baena Lopes, pela amizade e críticas construtivas durante nossa formação profissional.

Ao colega Gilberto Borges, pelo auxílio na confecção das amostras em cerâmica.

Aos colegas do Programa de Pós-Graduação de mestrado e doutorado, pelos ótimos momentos em que convivemos.

Às minhas amigas Juliana, Naná e Didi, pela compreensão e apoio demonstrados durante esta etapa de minha vida.

**MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.**

## SUMÁRIO

RESUMO.....	01
ABSTRACT.....	03
1 – INTRODUÇÃO.....	05
2 – REVISÃO DE LITERATURA.....	09
3 – PROPOSIÇÃO.....	65
4 – MATERIAIS E MÉTODO.....	67
4.1 – Materiais.....	67
4.2 – Método.....	69
4.2.1 – Confeção dos discos em cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 .....	69
4.2.2 – Preparo dos corpos-de-prova para o ensaio de resistência à tração .....	72
4.2.3 – Tratamento da superfície dos discos de cerâmica e procedimento de união.....	77
4.2.4 – Ensaio de resistência à tração .....	80
4.2.5 – Análise microscópica.....	82
4.2.5.1 – Análise por microscopia óptica.....	82
4.2.5.2 – Análise por microscopia eletrônica de varredura .....	83
5 – RESULTADOS .....	85
6 – DISCUSSÃO .....	93
7 – CONCLUSÃO .....	99
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	101
APÊNDICE .....	107

## RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do tempo de armazenagem em água (24 horas e 1 ano) sobre a resistência à tração da união entre cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 e o material de fixação Variolink II após diferentes tratamentos da superfície da cerâmica. Foram confeccionados cento e oitenta discos em cerâmica com 5,5 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura e separados em 6 grupos de 15 pares. Cada grupo foi submetido aos seguintes tratamentos: Grupos 1 e 4 – jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$ , por 5 segundos; Grupos 2 e 5 – jateamento com óxido de alumínio 100  $\mu\text{m}$ , por 5 segundos; Grupos 3 e 6 – condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, por 20 segundos. Após, o silano foi aplicado sobre a superfície da cerâmica tratada e os discos de cerâmica de cada grupo foram unidos em pares com o agente de união Heliobond e o cimento resinoso Variolink II. Em seguida, os corpos-de-prova dos Grupos 1 a 3 foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 horas e os do Grupo 4 a 6 a 37°C durante 1 ano. Após, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em máquina Instron com velocidade de 1 mm/minuto e o tipo de falha foi verificado numa lupa estereoscópica com aumento de 20 vezes. Os resultados de tração foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) e mostraram que as condições de armazenagem diminuíram a resistência de união entre a cerâmica/ cimento resinoso no período de armazenagem de 1 ano, para os três tratamentos de superfície. O tratamento superficial da cerâmica com ácido fluorídrico a 10% proporcionou valores de resistência à tração superiores em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$ ,

para os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano. As falhas foram predominantemente mistas para o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% e adesivas para jateamento com óxido de alumínio 100  $\mu\text{m}$  e 50  $\mu\text{m}$ .

## ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the effect of water storage (24 hours and 1 year) on the tensile bond strength between the IPS Empress 2 ceramic and material for fixation Variolink II under different superficial treatments. One hundred and eighty ceramic disks (5,5mm in diameter and 2,5m thick) were divided into 6 groups of the 15 discs each. Each group was submitted to different treatments: Groups 1 and 4- sandblasting with 50  $\mu\text{m}$  aluminum oxide; Groups 2 and 5- sandblasting with 100  $\mu\text{m}$  aluminum oxide; and, Groups 3 and 6- etching with 10% hydrofluoric acid for 20 seconds. After, silane was applied on treated ceramic surfaces and the ceramic disks of each group were bonded into pairs with Heliobond adhesive and Variolink II resin cement. After, the specimens of the Groups 1 to 3 were stored in distilled water at 37°C for 24 hours and the specimens of the Groups 4 to 6 were stored for one year. Afterwards, the specimens were submitted to a tensile strength test in an Instron machine at a cross - head speed of 1 mm/minute. The pattern of failure was examined with a light microscope at x 20 magnifications. The results were submitted to variance analysis and Tukey's test ( $p < 0.05$ ) and showed that storage conditions decreased the bond strength between ceramic/resin cement over the period of 1 year independent of the surface treatments. The surface treatments with 10% hydrofluoric acid achieved higher values of tensile bond strength ( $p < 0.05$ ) in relation to the sandblasting with 50  $\mu\text{m}$  and 100  $\mu\text{m}$  aluminum oxide for the storage time 24 hours and 1 year. The pattern of failure was mixed for acid etching with hydrofluoric acid and adhesive for sandblasting with 100  $\mu\text{m}$  and 50  $\mu\text{m}$ .

## 1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, novos materiais e técnicas foram desenvolvidos em Odontologia e muita atenção tem sido direcionada na confecção de coroas cerâmicas com melhores propriedades mecânicas, biocompatibilidade e estabilidade de cor (LU *et al.*, 1992; SIMONSEN & CALAMIA, 1983).

Apesar da alta resistência à fratura, limitações são impostas às tradicionais coroas metalocerâmicas (BRECKER, 1956) em função da estética, pois a oxidação resultante da queima da liga metálica durante a fundição, diminui a compatibilidade com o tecido gengival circundante à restauração (HONDRUM, 1992).

Um novo sistema foi desenvolvido para restaurações em cerâmica que elimina a necessidade de uma subestrutura metálica e conseqüentemente melhorando a estética (McLEAN & HUGHES, 1965; McLEAN, 1991). Este sistema é o IPS Empress, no qual padrões em cera são incluídos em revestimentos especiais e a cerâmica injetada no molde através de pressão (KRÄMER *et al.*, 1999). Esse sistema consiste basicamente de cerâmica feldspática contendo cristais de leucita como carga sendo indicado para regiões anteriores (DONG *et al.*, 1992).

Com o intuito de ampliar a indicação para coroas totais e próteses fixas de três elementos, foi introduzido no mercado o sistema IPS Empress 2. Este sistema consiste de cerâmica vítrea para confecção de infra-estrutura, contendo mais de 60% em volume de cristais de di-silicato de lítio, densamente dispostos e unidos à

matriz vítrea, com resistência à flexão superior a 300 MPa. A cerâmica de cobertura apresenta cristais de fluoroapatita aplicada diretamente sobre a infraestrutura através da técnica convencional de estratificação e sinterização (HORN BROOK *et al.*, 1999; SEVEREANCE, 1999; SORENSEN *et al.*, 1999).

A melhoria das restaurações de cerâmica, segundo ROULET *et al.* (1995), foi devido ao aperfeiçoamento do processo de obtenção da cerâmica e o de cimentação das restaurações. Já que estas são “sustentadas” pela união química ou mecânica dos agentes de cimentação (BOWEN, 1963; PAFFENBARGER *et al.*, 1967; MYERSON, 1969; NEWBURG & PAMEIJER, 1978).

O procedimento técnico de união é realizado através do condicionamento ácido da estrutura dentária e aplicação, sobre esta, de sistemas de união (BUONOCORE, 1955; BUONOCORE *et al.*, 1956). Da mesma forma, a superfície interna da cerâmica deve ser tratada (LACY *et al.*, 1988; ÖZDEN *et al.*, 1994; THURMOND *et al.*, 1994; SEN *et al.*, 2000; HOOSHMAND *et al.* 2002) realizando o condicionamento com ácido fluorídrico ou jateamento com óxido de alumínio para promover retenções micromecânicas (AWLIYA *et al.*, 1996; KUPIEC *et al.*, 1996; AWLIYA *et al.*, 1998) para que a ação de agentes resinosos na cerâmica tenha a mesma efetividade que na estrutura dentária. Assim, permite a formação de um “corpo único” entre a restauração cerâmica e a estrutura dental, possibilitando a transferência das forças incidentes na restauração para o dente durante a mastigação. Tal fato minimiza a formação e propagação de fraturas (LU *et al.*, 1992; ROSENSTIEL *et al.*, 1993; BRAGA *et al.*, 2000).

Entretanto, a longevidade da união da restauração à estrutura dental em meio bucal pode ser influenciada pelo tempo e condições de armazenagem

(DRUMMOND *et al.*, 1991; KITASAKO *et al.*, 2000; ÖRTENGREN *et al.*, 2001). Sabe-se, ainda, que a resistência da cerâmica em meio aquoso é inferior àquela armazenada ao ar (KERN *et al.*, 1994; ROULET *et al.*, 1995; DRUMMOND *et al.*, 2000). A água está em contato com todas as superfícies externas da cerâmica expostas à saliva; e, internamente, através da dentina vital (MYERSON, 1969), infiltração marginal e difusão através dos agentes cimentantes (MORENA *et al.*, 1986; LEEVAILOJ *et al.*, 1998; SINDEL *et al.*, 1999).

Assim, a diminuição da resistência da união dos agentes cimentantes quando armazenados em meio aquoso também é evidenciada (APPELDOORN *et al.*, 1993; ÖRTENGREN *et al.*, 2001). Verifica-se que como a água do meio pode ser absorvida pela matriz orgânica dos cimentos resinosos, a qual é formada por moléculas monoméricas modificadas por polissais ou diferentes monômeros, é possível que a embebição deste material possa ter efeito adverso sobre a resistência da cerâmica.

Desta forma, frente aos fatos apresentados, seria conveniente analisar o efeito da armazenagem em água na resistência da união da cerâmica IPS Empress 2 com o agente de fixação Variolink II.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

BUONOCORE, em 1955, apresentou um método simples para aumentar a adesão da resina acrílica à superfície de esmalte. Verificou que a adesão de discos de resina acrílica, com 5 mm de diâmetro, à superfície de esmalte era maior quando este era condicionado com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos, do que quando não recebia nenhum tratamento previamente à colocação da resina acrílica. O autor sugeriu algumas explicações para tal fenômeno como grande aumento da área de superfície devido à ação do condicionamento ácido e aumento da capacidade de umedecimento da superfície, permitindo assim, contato íntimo da resina acrílica com o esmalte.

BRECKER, em 1956, foi o primeiro pesquisador a divulgar o uso da cerâmica sobre ligas de ouro, uma vez que o metal proporciona maior resistência à fratura da cerâmica, evitando a descoloração ocorrida nas coroas plásticas e atendendo a insistente solicitação do paciente com relação à estética. A utilização do ouro produziu excelente adaptação marginal e a cerâmica especialmente confeccionada para este propósito sinterizava-se entre 1700 a 1800°C. O coeficiente de expansão térmica do ouro é compatível com o da cerâmica, e apenas uma camada fina de opaco é necessário.

BUONOCORE *et al.*, em 1956, verificaram a união da resina acrílica sobre a superfície dentinária associando a utilização de adesivo e o condicionamento

prévio com ácido hidroclorídrico a 7%. A superfície dentinária de dentes humanos extraídos foi exposta e delimitada uma área de 5 mm de diâmetro. Em algumas amostras foi aplicado o adesivo e, após polimerização do mesmo, a resina acrílica. Em outras amostras foi aplicado o ácido hidroclorídrico a 7% por 1 minuto, adesivo e resina acrílica. Os corpos-de-prova foram armazenados em água e a resistência de união foi avaliada uma hora após a confecção dos mesmos, em intervalos ao longo de três meses. Os autores verificaram que a resistência de união foi, aproximadamente, o dobro após o condicionamento ácido da superfície da dentina e as uniões mostraram-se resistentes quando imersas em água, embora os valores tenham diminuído.

BOWEN, em 1963, estudou as propriedades dos polímeros para restaurações dentais reforçadas por sílica. Partículas vítreas de sílica com formatos irregulares e tamanhos variando em torno de 150  $\mu\text{m}$  foram utilizadas. As superfícies foram tratadas com vinil-silano, com o objetivo de aumentar a união entre a fase orgânica e inorgânica. O aglutinante usado foi um copolímero do Bis-GMA, que pode ser considerado como produto da adição de metacrilato de glicidila ao bis-fenol A, catalizado por 0,5% de N,N-dimetil-p-toluidina, a 60° C. Dessa forma, conseguiu-se um material onde 70% em peso de sílica vítrea tratada, que corresponde aproximadamente a 55% de sílica por volume, foi incorporada ao polímero orgânico, propiciando uma redução na contração de polimerização e no coeficiente de expansão térmica, um aumento da resistência à compressão e do módulo de elasticidade, além de uma baixa solubilidade e

desintegração em água, quando comparada à resina onde foi adicionada sílica não tratada.

McLEAN & HUGHES, em 1965, relataram que as fraturas das cerâmicas odontológicas ocorrem devido à existência de fendas na superfície do material, local em que ocorre a concentração de tensões quando a cerâmica é submetida a cargas de tração, fazendo com que a resistência medida seja sempre menor do que a coesão molecular ou a resistência teórica do material cerâmico. Com o objetivo de melhorar as propriedades da cerâmica, os autores determinaram os efeitos da introdução da alumina na matriz vítrea sobre as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica. Diferentes concentrações de alumina foram utilizadas, sendo obtido resultados mais satisfatórios com as amostras em que foi empregado um conteúdo de 40% em peso de alumina. Concluíram que o uso dos cristais de alumina como fase de reforço na matriz vítrea forneceu aumento significativo nas propriedades mecânicas da cerâmica, sendo a resistência à fratura aproximadamente o dobro da cerâmica convencional.

PAFFENBARGER *et al.*, em 1967, avaliaram a resistência de união e o selamento da interface de dentes de porcelana e resina acrílica empregando uma solução de  $\gamma$  - metacriloxipropiltrimetoxissilano em água destilada e acidificada com ácido acético (pH entre 3 e 4). Cilindros de resina acrílica foram unidos à porcelana com e sem aplicação do silano, sendo o teste de tração realizado de acordo com a especificação nº 15 da ADA. Para avaliação do selamento, foram

confeccionadas próteses totais com e sem a aplicação do silano sobre os dentes de porcelana, sendo imersas em solução aquosa de azul de metileno. Os autores concluíram que o silano aumentou a resistência de união assim como diminuiu a microinfiltração entre o dente e a resina acrílica.

MYERSON, em 1969, verificou a resistência de união de dentes de porcelana tratados com silano unidos às resinas acrílicas de polimerização química e térmica. O conjunto porcelana/ resina foi submetido ao teste de extrusão; a carga foi aplicada em ângulo de 60° ao plano incisivo-gengival do dente, sendo aumentada em 25 kg/cm<sup>2</sup>/minuto até que ocorresse a fratura. As amostras foram submetidas a dois tipos de ciclagem: 1 – mecânica com carga inicial de 1,70 kg, com aumento de 0,42 kg a cada 270 ciclos até à fratura; 2 – térmica, nas temperaturas de 5° C e 70° C durante cinco minutos cada banho. Após 432 ciclos, as amostras foram submetidas ao teste de extrusão. Os autores concluíram que a diferença no coeficiente de expansão térmica entre os materiais é a principal causadora do rompimento da união porcelana-resina acrílica, e que o silano melhora consideravelmente a resistência de união destes.

NEWBURG & PAMEIJER, em 1978, verificaram a resistência de união da resina composta à porcelana tratada com silano. Incisivos centrais de porcelana foram fixados em resina acrílica, sendo a área vestibular lixada para obter uma superfície plana com 6 mm de diâmetro. A superfície das amostras de porcelana foi limpa com solução de 33% de ácido fosfórico por 1 minuto, lavada e secada, seguido da aplicação de silano por 5 minutos. Foram confeccionadas 102

amostras divididas em quatro grupos: grupo A - seis dentes foram tratados com silano e aplicado Nuva Fil (L.D. Caulk Co.); seis dentes foram tratados com silano e aplicado Adaptic (J&J); e seis dentes não receberam a aplicação do silano, sendo aplicado Nuva Fil; grupo B - todas as amostras receberam Nuva-Fil, sendo que seis foram expostas à ciclagem térmica, e as outras doze amostras receberam somente o tratamento com silano; grupo C - as amostras foram preparadas como no grupo A, porém o silano utilizado foi uma solução envelhecida por duas semanas; grupo D - este grupo continha 48 amostras, com doze sendo submetidas à ciclagem térmica, e todas tendo sido tratadas com silano, seguido da aplicação da resina Adaptic. Os autores concluíram que a união da resina composta à porcelana dental, tratada com silano, produz união eficaz, e a introdução de tensões térmicas necessita ser investigada em futuras avaliações clínicas, mas a técnica parece ser um método efetivo para reparo de restaurações de porcelana na cavidade oral.

ROSEN, em 1978, relatou que muitas teorias da função do silano têm sido propostas como, por exemplo, as teorias da união química e do umedecimento da superfície. A teoria química é a mais antiga e afirma que o silano une-se quimicamente com o compósito por meio da reação do grupo organofuncional com as moléculas de resina, e por meio da reação dos grupos hidrolisados com o vidro ou a superfície da partícula. Isto proporciona forte união interfacial entre 50 a 100 Kcal/mole. A teoria do umedecimento mostra que é possível que o umedecimento completo de uma partícula pela resina poderia aumentar a resistência adesiva pela adsorção física que poderia exceder a resistência coesiva

da resina. Em um sistema onde a união química pode ser rapidamente formada, a contribuição da adesão física para a adesão total não é importante. É evidente que o umedecimento da superfície não é o principal mecanismo, entretanto pode melhorar a união.

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

CALAMIA & SIMONSEN, em 1984, verificaram o efeito de dois agentes de silanização comercialmente disponíveis na resistência de união à tração da superfície da cerâmica condicionada. Foram obtidas 40 amostras de cerâmica unida à liga metálica não preciosa, sendo divididas em quatro grupos. Nos grupos 1, 2 e 3 foi realizado o condicionamento com solução contendo ácido hidrófluorídrico e sulfúrico, seguido de lavagem e secagem. No grupo 1, as amostras foram cobertas com uma camada de resina sem carga e unidas a um cilindro de resina composta. Nos grupos 2 e 3, foram tratadas com dois diferentes agentes de silanização antes da união da superfície da cerâmica à resina composta. No grupo 4, as amostras não foram condicionadas, sendo a cerâmica tratada como no grupo 3, com um agente de silanização antes da união com a resina. Os corpos-de-prova foram levados à máquina de ensaio universal Instron e submetidos ao ensaio de tração. As médias de resistência de união foram de 11,4 MPa para o grupo 1, 11,1 MPa para o grupo 2, 14,1 MPa para o grupo 3 e de 8,1 MPa para o grupo 4. O condicionamento ácido da superfície da cerâmica foi o fator de maior importância na resistência de união. Contudo, melhores resultados foram obtidos combinando o condicionamento ácido com o agente de silanização.

MORENA *et al.*, em 1986, realizaram um estudo sobre a fadiga de cerâmicas em ambiente oral simulado. Segundo os autores, o processo de degradação das cerâmicas em meio aquoso é denominado fadiga e, acredita-se ser causado pelo processo de corrosão envolvendo o crescimento estável de pequenas falhas pré-existentes. É uma vez que as restaurações em cerâmica encontram-se em contato constante com água presente na saliva, túbulos

dentinários e agentes cimentantes, o expoente de crescimento de fratura  $\eta$  foi estudado para diferentes tipos de cerâmica - feldspática (Ceramco Gengival), alumínica (Vitadur N) e porcelana policristalina de grãos finos (Cerestone) em meio aquoso, através do teste de flexão biaxial. A cerâmica feldspática foi testada em água e em saliva artificial; entretanto, as demais foram testadas apenas em água. O material que apresenta o maior valor de  $\eta$ , apresenta maior probabilidade de sobreviver ao longo do tempo. Os resultados mostraram que as diferenças para o valor de  $\eta$  entre as cerâmicas foi significativa. Através do teste de Tukey, não houve diferença entre os valores de  $\eta$  para a cerâmica feldspática testada em água daquela testada em saliva artificial. Os autores concluíram que o baixo valor de  $\eta$  encontrado para as cerâmicas feldspáticas indicou que o material é afetado de forma adversa quando exposto à água, sendo o valor de  $\eta$  da cerâmica feldspática comparável aos vidros de silicato, conhecidos como os vidros mais susceptíveis à fadiga dentre todas as cerâmicas, o que demonstrou que as propriedades mecânicas da cerâmica feldspática são controladas pela matriz vítrea e não pela(s) fase(s) cristalina. A cerâmica alumínica, devido ao seu conteúdo vítreo comparável ao da cerâmica feldspática (30-40%vol), apresentou um valor do expoente de fratura ( $\eta$ ) maior que o do vidro de silicato, enquanto que a porcelana de grãos finos apresentou-se estável em meio aquoso. A determinação das curvas de predição de vida útil demonstrou que em um período de 5 anos podem existir tensões suficientes no meio oral capazes de acarretar falhas de próteses fixas em cerâmica.

LACY *et al.*, em 1988, avaliaram o efeito de seis tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre resina composta e cerâmica feldspática. Cerâmica de baixa fusão foi aplicada sobre 60 placas retangulares de níquel-cromo, sendo divididas aleatoriamente em 6 grupos com 10 amostras cada. A superfície da cerâmica foi asperizada com ponta diamantada, servindo este tratamento como controle (grupo A). Os tratamentos subsequentes foram: grupo B - aplicação do silano Scotchprime (3M); grupo C - condicionamento com gel de flúor fosfato acidulado a 1,23% por 10 minutos e lavagem; grupo D - tratamento igual ao grupo C seguido de aplicação do silano Scotchprime; grupo E - condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 9,5% por 4 minutos; grupo F - tratamento igual ao grupo E seguido de aplicação do silano Scotchprime. Fita adesiva com orifício de 5 mm de diâmetro delimitou a área de união na superfície da cerâmica. O adesivo Scotchbond (3M) e a resina composta P-30 (3M) foram aplicados e fotoativados por 40 segundos. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37° C por 24 horas e submetidos ao teste de resistência de união ao cisalhamento na máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 5 mm/minuto. Não houve diferença significativa nos valores de união entre os grupos A, C e E, indicando que sem a aplicação do silano a resistência de união da resina composta à cerâmica foi relativamente baixa, sendo as falhas adesivas. Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupo B e A, indicando um efeito positivo da aplicação do silano à superfície asperizada com ponta diamantada, sendo as falhas também adesivas. Não houve diferença significativa entre os grupos D e F, mas a resistência de união foi significativamente maior do que os outros quatro grupos, ocorrendo falhas coesivas na cerâmica. Os autores

concluíram que o agente de silanização é efetivo em estabelecer união entre a resina composta e a cerâmica, e quando utilizado em conjunto com o condicionamento ácido, pode criar uma união superior à resistência coesiva da cerâmica. O gel de flúor fosfato acidulado pode substituir o gel de ácido hidrofluorídrico, desde que o tempo de condicionamento seja maior.

STOKES *et al.*, em 1988, compararam a resistência ao cisalhamento entre cerâmica e resina composta empregando dois agentes de silanização. Quarenta discos de cerâmica Vita Dur-N (Vita) com 5 mm de diâmetro foram confeccionados, fixados em blocos de resina acrílica e desgastados com lixas de carbeto de silício de granulação 240, obtendo uma superfície plana. Metade das amostras recebeu aplicação do agente de silanização de dois frascos Fusion e, a outra metade, o agente de silanização de frasco único Scotchprime (3M). Após secagem com ar, o adesivo Scotchbond (3M) foi aplicado ao último grupo, e um bráquete ortodôntico com malha circular de 3,5 mm de diâmetro foi unido usando a resina composta Silar (3M). Os excessos foram removidos, de forma que a circunferência do bráquete delimitasse a área de união. Após 24 horas, dez corpos-de-prova tratados com Fusion e dez tratados com Scotchprime foram submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 1 mm/minuto. Os dez corpos-de-prova restantes de cada grupo foram armazenados em água à temperatura ambiente por 6 meses, sendo também submetidos ao ensaio de cisalhamento. Os padrões de fratura foram observados em microscópio ótico com aumento de 10 vezes e em microscópio eletrônico de varredura. A média de resistência ao cisalhamento após

24 horas e 6 meses foi de 13,2 MPa e 1,1 MPa para o agente de silanização Fusion, e de 14,0 MPa e 11,1 MPa para o Scotchprime. Os corpos-de-prova avaliados em 24 horas falharam coesivamente na resina, na interface resina / bráquete ou dentro da cerâmica. Não houve diferença na distribuição do modo de fratura entre os dois tipos de silano. Aos 6 meses, os corpos-de-prova tratados com Fusion falharam na interface resina / cerâmica, enquanto que, nos tratados com Scotchprime, a união falhou coesivamente na resina ou na interface resina / bráquete. Os autores enfatizaram que a degradação da resistência de união observada neste estudo é dependente do tempo e que provavelmente ocorra devido à hidrólise da união entre o silício e o oxigênio na interface cerâmica / silano. Uma das possíveis explicações para a diferença de comportamento entre os produtos é a permeabilidade da camada de silano, sendo o agente de silanização Scotchprime superior em relação ao Fusion quanto à união ao longo prazo.

DIAZ-ARNOLD & AQUILINO, em 1989, avaliaram o efeito da termociclagem na resistência de união de quatro sistemas de reparo de cerâmica. Foram confeccionados 100 discos em cerâmica VMK-68 (Vident) com 1 cm de diâmetro x 0,5 cm de espessura, sendo a superfície desgastada com lixa de carbeto de silício de granulação 220, seguido de embutimento em resina acrílica. Os agentes de silanização Command Ultrafine Porcelain Repair System (Kerr/Sybron), Enamelite 500 (Lee Pharmaceuticals), Fusion (Geo Taub) e Scotchprime (3M) foram aplicados em 10 amostras, cada de acordo com as instruções dos fabricantes, seguido do agente adesivo. Após, foi unido um cilindro de resina composta com

2,3 mm de diâmetro x 1 mm de espessura à superfície tratada. O agente de silanização Fusion foi empregado com o adesivo Bondlite e resina composta Command Ultrafine (Kerr/Sybron) e também com o adesivo Scotchbond e resina composta Silux (3M). Os corpos-de-prova foram armazenados em água deionizada a 37° C por 24 horas, e então divididos em dois subgrupos com 10 cada, sendo um grupo armazenado em água deionizada por 48 horas e, o outro subgrupo, submetido a 1776 ciclos térmicos nas temperaturas de 5° C e 60° C. Após os períodos de armazenagem, foi realizado o teste de resistência ao cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,5 cm/minuto. Os resultados mostraram que a termociclagem causou redução significativa na resistência de união, com exceção do grupo do Scotchprime. Para o agente de silanização Fusion, a média de resistência de união foi afetada pelo tipo de sistema resinoso empregado. Falhas coesivas na cerâmica ocorreram na maioria dos corpos-de-prova não termociclados.

STOKES & HOOD, em 1989, determinaram a influência de um agente de silanização e da termociclagem no selamento entre resina composta e cerâmica. Foram confeccionados discos da cerâmica Vita Dur N (Vita) com 10 mm de diâmetro x 1,5 mm de espessura. Cavidades cilíndricas foram preparadas na cerâmica com ponta diamantada, divididas em 4 grupos com oito amostras cada e restauradas. Nos grupos 1 e 2, a restauração foi realizada com adesivo Scotchbond e resina composta Silux (3M) e, nos grupos 3 e 4, com o silano Scotchprime antes da aplicação do adesivo e da resina composta. Os corpos-de-prova foram armazenados por 24 horas em água a 37° C, sendo que os grupos 2

e 4 foram termociclados 200 vezes nas temperaturas de 4° C e 60° C, sendo de 1 minuto cada banho. O selamento entre cerâmica / resina composta foi avaliada através da metodologia de infiltração empregando corrente elétrica. Os resultados mostraram que a média de infiltração foi estatisticamente maior no grupo 2, e que o silano foi eficiente na redução da infiltração na interface resina / cerâmica após a termociclagem.

McLEAN, em 1991, fez um relato sobre a ciência e a arte das cerâmicas odontológicas. As cerâmicas são um grupo de materiais que apresentam resistência à corrosão e abrasão a ácidos fortes, propriedades já observadas no século 18. Hoje, as novas cerâmicas estão sendo indicadas em substituição às restaurações metalocerâmicas. Entretanto, esses materiais ainda têm suas limitações, como precisão, baixa resistência à fratura por tração, dificuldade em se obter uma superfície livre de porosidades e fendas, podendo falhar em função das limitações de suas propriedades e dos esforços complexos a que são submetidas no meio oral. Além disso, as cerâmicas são mais duras do que o esmalte dental e podem causar um desgaste excessivo durante a mastigação; entretanto, elas são frágeis quando comparadas com as ligas de ouro. Diversas pesquisas mostraram que a resistência e a longevidade das restaurações são dependentes da superfície da cerâmica. Uma cerâmica com alta resistência, porém com defeitos na superfície, pode ter seu desempenho diminuído em relação às cerâmicas livres de defeitos.

DRUMMOND *et al.*, em 1991, estudaram o efeito do envelhecimento fisiológico da cerâmica (Cereston- J&J) em ar e água sobre seu módulo de ruptura e a sua susceptibilidade à tensão de corrosão. A diferença existente entre os valores teóricos de resistência das cerâmicas calculados a partir das forças atômicas de união (7000 - 70.000 MPa) e os valores de resistência observados (7 - 700 MPa), deve-se à presença de microdefeitos no interior do material. Estes microdefeitos podem estar presentes no interior do material como resultado do método de preparo ou podem ser gerados durante o carregamento mecânico e/ou ataque químico. A interação da tensão mecânica e dos microdefeitos resulta em uma fenda macroscópica, a qual se propaga de maneira lenta, até que ocorra a fratura do material. Portanto, o comportamento da fratura requer 2 etapas: a formação da fenda e depois a sua propagação. Para avaliar o envelhecimento fisiológico, barras de cerâmica de magnésio-alumina (Cereston- J&J) com 2,5 x 2,5 x 30 mm foram confeccionadas de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, foram armazenadas em água destilada ou ar a 37°C. A resistência à fratura foi avaliada em seu respectivo meio de armazenagem após períodos de 0, 6, e 12 meses através do teste de flexão de 4 pontos. Os resultados submetidos à análise estatística revelaram que houve diferença significativa entre as amostras armazenadas em água ( $96,94 \pm 15,04$  MPa) e ar ( $108,50 \pm 16,11$  MPa) não havendo diferença entre os diferentes períodos de armazenagem. Os autores concluíram que água destilada teve um efeito deletério significativo sobre a resistência à fratura devido à incompleta união entre as partículas de matriz da cerâmica spinel.

LU *et al.*, em 1992, investigaram o efeito de vários tratamentos de superfície na resistência de união entre resina composta e cerâmica aluminizada Vitadur N (Vita), comparando diferentes agentes de silanização e cimentos resinosos. Foram confeccionados 56 botões (6 mm de diâmetro x 5 mm de espessura) e 56 discos (7,8 mm de diâmetro x 1,4 mm de espessura) da cerâmica, e divididos em quatro grupos. No grupo 1 foi realizado apenas limpeza em ultra-som utilizando etanol por 60 segundos (grupo controle); no grupo 2, as amostras foram imersas em solução contendo 2% de ácido hidrofúorídrico, sendo agitadas em ultra-som por 150 segundos, lavadas e secas; no grupo 3, foram aplicados os agentes de silanização Porcelain Repair Primer (Kerr) e Scotchbond Ceramic Primer (3M), seguidos dos respectivos agentes adesivos Bondlite (Kerr) e Scotchbond 2 (3M); no grupo 4, foi combinado o condicionamento com ácido hidrofúorídrico mais o tratamento realizado no grupo 3. Os botões e os discos de cerâmica foram unidos por intermédio do cimento resinoso Porcelite (Kerr) e a resina composta Silux (3M) diluída em adesivo, associando sempre os materiais do mesmo fabricante. O disco de cerâmica foi embutido em resina acrílica ativada quimicamente, sendo os corpos-de-prova armazenados em água destilada a 37° C por 7 dias e submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 1 mm/minuto. Os tipos de falhas foram analisados em microscópio eletrônico de varredura. Falhas adesivas sempre ocorreram no grupo controle, e as falhas coesivas em cerâmica nos grupos que receberam tratamento de superfície. Com os dois tipos de cimentos resinosos, os valores obtidos para os grupos tratados foram significativamente maiores do que para o grupo controle. A resistência da união dos grupos com condicionamento ácido e silanização foi significativamente

maior do que nos grupos apenas condicionados com ácido. Nos grupos em que foi aplicado apenas o silano e juntamente o condicionamento ácido e silano, o emprego do Scotchprime Ceramic Primer / Silux forneceu valores de união significativamente maiores do que a combinação Porcelain Repair Primer / Porcelite. Esta diferença pode estar relacionada com o maior grau de hidrólise, assim como a maior capacidade do Scotchprime Ceramic Primer de umedecer a superfície da cerâmica. Os autores concluíram que o agente de silanização tem um importante papel na união entre a resina composta e a cerâmica; a aplicação do ácido hidrofúorídrico e agente de silanização potencializam esta união; e a resistência à fratura da cerâmica parece ser alterada pela resina de fixação.

HONDRUM, em 1992, fez uma revisão da resistência das cerâmicas odontológicas e os mecanismos responsáveis pelo aumento desta propriedade. As restaurações em metalocerâmica possuem boa resistência e alto índice de sucesso. Por outro lado, possuem limitações tais como potencial de corrosão das ligas; problemas estéticos; necessidade de maior remoção de estrutura dental e incompatibilidade entre metal e cerâmica. Por isto, as pesquisas têm enfatizado o desenvolvimento de cerâmicas mais resistentes, sendo que o principal dilema tem sido o aumento da resistência sem o sacrifício da estética. Um dos principais mecanismos para o aumento da resistência das cerâmicas odontológicas tem sido a dispersão cristalina na matriz vítrea. Durante a cocção, o vidro funde e escoia ao redor dos cristais, formando uma união iônica entre a matriz vítrea e os cristais. Devido à alta rigidez dos cristais, estes têm a capacidade de bloquear a propagação das fendas quando a cerâmica é submetida a uma carga de tração,

sendo que quanto maior a quantidade da fase cristalina, maior a resistência do material. Caso o coeficiente de expansão térmica da fase cristalina for ligeiramente maior do que o da matriz vítrea, o vidro será colocado sob compressão durante o resfriamento, resultando em aumento da resistência da cerâmica. Porém, a umidade presente na cavidade oral enfraquece a união entre sílica-oxigênio em cerca de 20 a 30%. Exemplos de materiais que usam essa técnica são HiCeram e InCeram com 50 e 90% em volume de alumina respectivamente. O autor menciona ainda alguns meios de se aumentar a resistência das cerâmicas. Além da troca iônica, têmpera térmica, dispersão de dióxido de zircônia e leucita; deve-se ressaltar os agentes de fixação. Os cimentos resinosos por sua vez ajudam a transferir as tensões incidentes na restauração para a estrutura dentária, aumentando assim a resistência do sistema sem necessariamente aumentar a resistência do próprio material.

DONG *et al.*, em 1992, descreveram uma nova técnica de confecção de coroas e *inlays* de cerâmica injetável IPS Empress. Esta técnica foi desenvolvida em 1983 pelo Departamento de Prótese Fixa e Removível e Materiais Dentários da Universidade de Zurich, na qual a cerâmica é composta por porcelana feldspática e cristais de leucita. Os padrões em cera devidamente construídos são colocados sobre um cilindro e incluídos em revestimento a base de fosfato. Em seguida, o conjunto composto pelo bloco de revestimento juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio é levado ao forno elétrico Empress EP 500 elevando a temperatura em 5°C / min até 850°C durante 90 minutos. Após, um lingote da cerâmica é posicionado no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de

alumínio durante 20 minutos à temperatura de 920°C. Decorrido esse tempo, uma pressão de 5 bars por 15 minutos é aplicada. O forno pára automaticamente quando termina o tempo e, assim, a cavidade devidamente preenchida pela cerâmica é então desincluída e preparada para futuros tratamentos. Relataram que existem dois métodos para a caracterização para esse tipo de restauração em cerâmica. O primeiro está relacionado com colocação de pigmentos corantes sobre a superfície através do glazeamento; e o segundo, com a técnica *veneer* na qual uma parte da restauração é removida. Os autores relataram, ainda, a influência da pressão e/ou aquecimento na resistência à flexão da cerâmica. Amostras retangulares (2 x 4 x 14 mm) foram confeccionadas e submetidas aos tratamentos: Grupo 1) grupo controle, sem tratamento; 2) aquecimento por 30 minutos; 3) igual ao 2 e submetidos a duas queimas *veneer*; 4) não houve aquecimento após a pressão; 5) barras aquecidas-prensadas foram submetidas a dois ciclos de queima *veneer*; 6) igual ao 5, mas com 3 queimas e 1 glaze; 7) submetidas a 3 queimas de coloração e 1 glaze; 8) 2 queimas *veneer*, 3 queimas coloração e 1 glaze. Os resultados mostraram que a pressão aumentou significativamente a resistência de 74 para 126 MPa e os tratamentos térmicos aumentaram a resistência de 160 para 184 MPa. Já o aquecimento na ausência de pressão não teve efeito sobre a resistência. Assim, os autores concluíram que pressão e aquecimento produzem maiores resistências devido a melhor dispersão dos cristais de leucita na fase vítrea e aos diferentes coeficientes de expansão térmica entre os cristais e a matriz vítrea.

APPELDOORN *et al.*, em 1993, avaliaram a resistência ao cisalhamento de oito sistemas de reparo de cerâmica com as respectivas resinas compostas: All-Bond 2 e Bis-Fil (Bisco), Cerinate Prime e Ultra-Bond (Dent-Mat), Clearfil Porcelain Bond e Clearfil Photo-Anterior (Kuraray), Etch-Free e Bis-Fil (Bisco), Monobond-S e Heliomolar Radiopaque (Vivadent), Porcelite e Herculite XRV (Kerr-Sybron), Scotchprime e Silux Plus (3M) e Silistor e Multifil VS (Kulzer). Foram confeccionadas 160 amostras da cerâmica Ceramic II (Ceramco) e fixadas em lingotes da liga Rexilium III (Jeneric-Pentron). As amostras de cerâmica receberam acabamento com lixas de carbeto de silício de granulação 320, sendo divididas em grupos de 20 amostras cada para aplicação dos sistemas de reparo seguindo as instruções dos fabricantes. Um cilindro de resina composta com 4,30 mm de diâmetro foi fixado à superfície da amostra de cerâmica e fotopolimerizado por 80 segundos. Metade das amostras de cada grupo foi armazenada a 37° C por 24 horas e, a outra metade, armazenada por 3 meses e termociclada 2.500 vezes em banhos de 1 minuto a 5° C e 55° C. Todas as amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento a uma velocidade de 5 mm/minuto numa máquina de ensaio universal Instron, sendo analisado os padrões de falha. Não houve diferença estatística em 24 horas de armazenagem entre o Etch-Free (23,5 MPa), All-Bond 2 (22,3 MPa) e Clearfil Porcelain Bond (18,5 MPa), que apresentaram os maiores valores de resistência ao cisalhamento. Contudo, houve diferença estatisticamente significativa destes três materiais para os outros cinco sistemas. Para os sistemas testados após 24 horas, o padrão de falha foi coesivo na cerâmica. Para a armazenagem de 3 meses e termociclagem, a resistência de união do Clearfil Porcelain Bond (20,7 MPa) foi estatisticamente superior ao dos outros sete

sistemas testados, predominando o padrão de falha coesivo na cerâmica, com exceção para o sistema Etch-Free (18,4 MPa), onde as falhas foram adesivas. Para o silano Scotchprime, o valor de resistência de união foi de 15,1 MPa após 24 h, e de 14,9 MPa após termociclagem. Os valores mais baixos de união ocorreram com os sistemas Cerinate (8,8 MPa) e Silistor (4,2 MPa), sendo as falhas adesivas. Os autores afirmaram que os sistemas de reparo têm apresentado melhora quando comparados com sistemas empregados em estudos anteriores, fazendo-se necessários estudos clínicos para confirmação dos resultados.

ROSENSTIEL *et al.*, em 1993, avaliaram se diferentes tratamentos de superfície e coberturas com cimentos resinosos sobre as superfícies de cerâmica influenciariam na resistência à fratura. Evidências clínicas sugerem que o uso de um agente de cimentação resinoso diminui a incidência de fratura em restaurações de cerâmica. Dentre os mecanismos que poderiam explicar esse aumento da resistência, os autores citam: tensões compressivas residuais no vidro durante a polimerização da resina; alteração do tamanho e forma das falhas superficiais através do condicionamento ácido; e, diminuição da tensão de corrosão da cerâmica atribuída à cobertura resinosa. Assim, 46 discos cerâmicos (Dicor-Dentsply) foram confeccionados seguindo as instruções do fabricante (1,3 mm de espessura e 16 mm de diâmetro), os quais foram divididos em 5 grupos recebendo diferentes tratamentos superficiais: Grupo A, grupo controle, ou seja, sem tratamento e testado como processado; Grupo B foi aplicado uma fina camada de cimento de ionômero de vidro; nos grupos C, D e E foram

condicionados por 1 minuto com gel de bifluoreto de amônio e lavados por 30 segundos. Os grupos D e E foram cobertos por silano e em seguida receberam uma fina camada de cimento resinoso. O Grupo E foi armazenado em água destilada por 5 dias. Em seguida, os discos foram submetidos ao teste de flexão biaxial, com a amostra apoiada em um suporte com esferas, de tal forma que a superfície tratada estivesse sob tração. A análise estatística foi realizada e os resultados mostraram que o condicionamento sozinho diminuiu a resistência, porém não de forma significativa. As amostras cobertas com cimento apresentaram tensões de fratura significativamente maiores que as amostras que não receberam cobertura. Este efeito não foi observado com a curta armazenagem. Os autores concluíram que o aumento de resistência observado com a cobertura de cimento resinoso deve-se provavelmente a união das margens das falhas, acarretada pelas moléculas de silano não permitindo assim a propagação livre da fratura.

ÖZDEN *et al.*, em 1994, avaliaram a resistência ao cisalhamento entre cerâmica e cimento resinoso empregando diferentes tratamentos de superfície da cerâmica. Cerâmica feldspática (Ivoclar) foi aplicada na superfície plana de 77 botões de níquel-cromo, sendo as amostras aleatoriamente divididas em 7 grupos para realizar diferentes tratamentos na superfície da cerâmica: grupo 1 – agente de silanização; grupo 2 – condicionamento com ácido fluorídrico a 36% por 10 minutos, lavagem por 30 segundos e secagem com ar; grupo 3 – asperização com ponta diamantada, seguido de lavagem com água e secagem com ar; grupo 4 – asperização, condicionamento ácido e agente de silanização; grupo 5 – asperização e agente de silanização; grupo 6 – condicionamento com ácido

fluorídrico e agente de silanização; grupo 7 – asperização e condicionamento com ácido fluorídrico. Cimento resinoso de dupla polimerização (Opaque-Vivadent) foi aplicado à superfície da cerâmica tratada com auxílio de uma matriz de teflon seguindo as instruções do fabricante. Após fotopolimerização, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37° C por 24 horas, seguido de 100 ciclos térmicos de 6° e 60° C, e submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 2 mm/minuto. Nos corpos-de-prova em que foi realizada apenas a asperização da superfície da cerâmica, ocorreram falhas adesivas antes do ensaio de cisalhamento. A combinação da asperização com ponta diamantada e silano resultou em resistência de união significativamente maior do que todos os outros tipos de tratamento. O uso combinado do ácido fluorídrico, asperização e agente de silanização não aumentou a resistência de união. Quando apenas o silano foi aplicado, os valores de resistência de união foram significativamente maiores em relação ao tratamento combinado de asperização e condicionamento ácido. Os autores concluíram que o condicionamento ácido contribuiu para a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica, mas o uso somente do agente de silanização, ou a combinação com a asperização, ou o condicionamento ácido, teve um efeito superior na resistência ao cisalhamento *in vitro*.

THURMOND *et al.*, em 1994, avaliaram o efeito dos tratamentos de superfície da cerâmica Ceramic II (Ceramco Ind) na resistência da união entre esta e resina composta. Duzentas amostras de cerâmica foram preparadas sob os lingotes da liga Rexillum, divididas em dez grupos e submetidas aos diferentes

tipos de tratamento: Grupo 1, grupo controle, onde apenas a aplicação do agente de união AllBond 2 foi realizada; Grupo 2, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm seguido da aplicação do ácido fosfórico a 32%, silano e agente de união; Grupo 3, aplicação do *primer* A&B e o agente de união; Grupo 4, silano, *primer* e o agente de união; Grupo 5 asperização com broca diamantada, aplicação do ácido fosfórico, silano e o agente de união; Grupo 6, aplicação do ácido hidrofúorídrico a 8% e o agente de união; Grupo 7, ácido hidrofúorídrico, silano e o agente de união; Grupo 8, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, ácido hidrofúorídrico, silano e o agente de união; Grupo 9, jateamento com óxido de alumínio e o agente de união; Grupo 10, jateamento com óxido de alumínio, aplicação do ácido fosfórico, *primer* A&B e o agente de união. Sobre estas superfícies foram fixados cilindros de resina composta. Cada grupo foi subdividido em dois subgrupos com dez amostras cada. Metade foi armazenada em água destilada a 37°C por 24 horas e a outra, armazenada por três meses e termociclada com 2500 ciclos. Terminado o tempo de armazenagem, as amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento com velocidade de 5 mm/min. Os resultados mostraram que sete dos dez grupos apresentaram maiores valores de resistência da união após 24 horas de armazenagem e a porcentagem de falhas coesivas nesses sete grupos variaram de 40 a 100%. Os grupos que apresentaram os menores valores de resistência da união, foram os grupos onde o ácido hidrofúorídrico não havia sido aplicado. Após três meses de armazenagem, o maior valor obtido ocorreu entre a combinação do jateamento e ácido hidrofúorídrico essenciais para a longevidade da união. Os autores

concluíram que a mudança física na superfície da cerâmica com jateamento com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação do ácido hidrofúorídrico produziu união mais resistente e que esta união diminuiu com a armazenagem em água.

KERN *et al.*, em 1994, avaliaram a influência da armazenagem em água e ciclagem térmica na resistência à fratura de dois diferentes desenhos para próteses parciais fixas confeccionadas com a cerâmica In Ceram. As próteses foram fixadas à dentes naturais recém - extraídos, os quais foram suportados por uma membrana periodontal artificial. Quarenta estruturas de próteses parciais fixas de três elementos foram construídas; sendo que 20 possuíam caixas proximais e as outras não. As próteses confeccionadas foram fixadas com cimento resinoso de reação de presa dual Panavia -TC e armazenadas da seguinte forma: dez amostras para cada preparo foram armazenadas em solução de timol a 0,1% a 37°C por 7 dias; e, por 150 dias em saliva artificial a 37°C com 250 ciclos entre 5 e 55°C a cada dois dias. Terminado o período de armazenagem cada amostra foi carregada sobre o pântico paralelo ao longo eixo dos *abutments* com velocidade de 2 mm/min até a fratura. Os autores constataram que a armazenagem das amostras durante 150 dias em saliva artificial e termociclagem resultou numa significativa redução da resistência à fratura quando comparado com as amostras armazenadas durante 7 dias sem a realização da termociclagem.

ROULET *et al.*, em 1995, avaliaram os efeitos das condições de tratamento e armazenagem na resistência de união entre cerâmica/compósito. Foram obtidos cilindros e blocos das cerâmicas Dicor (Dentsply), Mirage (Mirage) e Vitabloc (Vita), sendo aplicado os seguintes tratamentos na superfície da cerâmica: 1 - lixa de granulação 600; 2 - jateamento com óxido de alumínio por 3 segundos; 3 - condicionamento ácido com gel de amônia ou ácido fluorídrico por 90 segundos. Três tipos de silanos foram empregados: 1 - 2,5% em volume de  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxisilano, 2,5% em volume de ácido acético misturado com 95% de etanol; 2 - 2,5% em volume de  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxisilano, 0,5% em volume de N,N dimetil paratoluedina e 2,5% em volume de ácido acético misturado com 94,5% em volume de etanol; 3 - 2,5% em volume de viniltriclorosilano e 2,5% em volume de ácido acético misturado com 95% de etanol. O tratamento com os silanos consistiu na imersão das amostras nas respectivas soluções por 30 segundos, seguido de jato de hidrofluorcarbono por 5 segundos. Metade das amostras silanizadas foram armazenadas à temperatura ambiente por 60 segundos antes das superfícies serem cobertas com agente adesivo fotopolimerizável à base de Bis-GMA / TEGDMA (Experimental, Dentsply); a outra metade foi seca a  $100^{\circ} \text{C} \pm 5^{\circ} \text{C}$  com jato de ar quente por 60 segundos e resfriado à temperatura ambiente antes da aplicação do agente adesivo. Após, foi realizada a fixação dos cilindros e blocos com cimento resinoso Dual Cement (Vivadent) com carga de 10N, seguido de remoção dos excessos de cimento e fotopolimerização. Todos os corpos-de-prova foram armazenados a seco em temperatura ambiente. Após 24 horas, 5 dos 10 corpos-de-prova por grupo foram

submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,5 mm/minuto. O restante foi armazenado em água a 37° C por 12 meses antes do teste de cisalhamento. Os padrões de fratura foram analisados visualmente, e corpos-de-prova selecionados foram observados em microscópio eletrônico de varredura. O maior valor de união foi obtido com o condicionamento ácido (28,3 MPa) associado com silano aquecido, enquanto o menor valor foi para o tratamento com lixa de granulação 600 (2,7 MPa). O jateamento forneceu valores intermediários, sendo 9,1 MPa com silano seco à temperatura ambiente e 15,0 MPa com o silano aquecido. O armazenamento em água levou à redução dos valores de união de 50% a 75%, exceto para os corpos-de-prova condicionados com o ácido. Em relação aos silanos, a solução 2,5% em volume de viniltriclorosilano promoveu os maiores valores de resistência de união. Os autores concluíram que a retenção mecânica parece ser o fator principal que influencia a resistência de união da cerâmica / compósito.

KERN & THOMPSON, em 1995, relataram que o procedimento de união empregado para as cerâmicas feldspáticas, como condicionamento e silanização, não promove o aumento da união entre a cerâmica In-Ceram e o material de fixação. Com intuito de verificar a eficiência de outras técnicas, os autores avaliaram o efeito dos sistemas Rocatec (Espe) e Silicoater MD (Kulzer) na resistência da união através da armazenagem em água e termociclagem. Discos de cerâmica com 6 mm de diâmetro e 4 mm de espessura foram confeccionados e divididos em 6 grupos: 1- asperização da superfície com partículas de óxido de alumínio de 110 µm com pressão de 2,5 bars por 14 segundos seguida aplicação

do adesivo (Twinlook); 2- similar ao grupo , porém o silano foi aplicado antes do adesivo; 3- aplicação do sistema Rocatec antes do adesivo; 4- aplicação do sistema SilicoterMD antes do silano; 5- aplicação do sistema Panavia EX; 6- aplicação do Panavia 21 experimental. Cilindros de resina composta Clearfil FII foram cimentados sobre as superfícies tratadas. Assim, cada grupo foi subdividido em 3 subgrupos para armazenagem em diferentes períodos: armazenagem por 1 dia sem termociclagem; armazenagem por 30 dias com termociclagem de 7500 ciclos e armazenagem por 150 dias com termociclagem com 37500 ciclos. As amostras foram armazenadas em solução de saliva artificial a 37°C e termocicladas por 2500 ciclos a cada 10 dias. Os resultados mostraram que para uma união durável e estável em meio úmido há necessidade do tratamento termo triboquímico na superfície da cerâmica In Ceram antes da aplicação do silano.

AWLIYA *et al.*, em 1996, examinaram a influência de tratamentos de superfície na resistência de união do cimento resinoso à cerâmica de infraestrutura Procera (Nobel Biokare). Foram confeccionados 40 espécimes da cerâmica e divididos em 4 grupos com 10 cada, e submetidos a quatro diferentes tratamentos de superfície: grupo 1 – jateamento com óxido de alumínio de 25  $\mu\text{m}$  com pressão de 120 psi; grupo 2 – jateamento com óxido de alumínio de 25  $\mu\text{m}$  com pressão de 160 psi; grupo 3 – jateamento com óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  com pressão de 120 psi; grupo 4 – jateamento com óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  com pressão de 160 psi. Área de 4 mm de diâmetro foi isolada sobre a superfície tratada e o cimento resinoso Panavia 21 (Kuraray) foi aplicado seguindo as

instruções do fabricante. Após a presa, os corpos-de-prova foram mantidos em 100% de umidade por 7 dias, e submetidos ao teste de cisalhamento em máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,5 mm/minuto. Os resultados foram de 18,27 MPa para o grupo 1, 21,46 MPa para o grupo 2, 20,13 MPa para o grupo 3 e de 18,09 MPa para o grupo 4, não havendo diferença estatística entre os valores ( $p < 0,05$ ). Os autores concluíram que a resistência de união obtida com o cimento resinoso foi mais importante do que o tratamento de superfície realizado sobre a cerâmica Procera.

KATO *et al.*, em 1996, avaliaram a resistência de união e a durabilidade de cinco agentes de silanização e seis cimentos resinosos à cerâmica feldspática. Foram confeccionados dois tipos de discos em cerâmica (8 mm e 10 mm de diâmetro x 3 mm de espessura). A superfície a ser unida foi desgastada com lixa de carvão de silício seguido de jateamento com óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  por 10 segundos, com pressão de 0,4 MPa a distância de 10 mm, sendo as superfícies observadas em microscópio eletrônico de varredura. As amostras foram limpas em ultra-som com acetona. Fita adesiva com orifício de 3 mm de diâmetro foi posicionada sobre a amostra com 10 mm de diâmetro para delimitar a área de união e padronizar a espessura de película de 50  $\mu\text{m}$  para o cimento resinoso. As amostras de 8 e 10 mm de diâmetro foram tratadas igualmente através da aplicação do agente de silanização seguindo as instruções dos fabricantes, sendo unidas com o cimento resinoso da mesma marca comercial do agente de silanização. Dez corpos-de-prova foram confeccionados para cada

sistema de cimentação, sendo que metade foi imersa em água a 37° C por 24 horas e, a outra metade, submetida a 20.000 ciclos térmicos a 4° C e 60° C pelo tempo de 1 minuto cada banho. Após, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/minuto. A análise em microscópio eletrônico de varredura evidenciou que o jateamento com óxido de alumínio tornou a superfície da cerâmica rugosa e com irregularidades. A resistência de união antes da termociclagem variou de 30 MPa a 65,3 MPa, sendo a maioria das falhas coesiva na cerâmica ou mista (coesiva na cerâmica e adesiva). Após termociclagem, houve redução significativa da resistência de união em cinco dos seis grupos, sendo as falhas predominantemente adesivas. Os sistemas de união em que os agentes de silanização foram ativados por um ácido metacrilato hidrófobo exibiram resistência de união maior do que 20 MPa após termociclagem.

SÖDERHOLM & REETZ, em 1996, realizaram uma revisão sobre os fatores que afetam a confiabilidade das uniões por intermédio de cimentos resinosos. Segundo os autores, vários fatores determinam a qualidade da união resinosa: 1 - resistência do substrato; 2 - habilidade da resina em “molhar” a superfície do substrato; 3 - qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato; 4 - resistência da resina polimerizada; 5 - tensões induzidas na resina durante a polimerização; 6 - qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina; 7 - capacidade da resina de “molhar” a dentina; 8 - resistência superficial da dentina. Enfatizaram que a superfície lisa não contribui para a retenção mecânica, sendo que o condicionamento ácido forma retenções na superfície a ser cimentada, nas

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

KUPIEC *et al.*, em 1996, avaliaram diferentes tipos de tratamento na superfície da cerâmica associados ao uso do sistema adesivo ProBond. Quatrocentos e oitenta amostras da cerâmica (Ceramco II Porcelain, Ceramco

Ind., Burlington, N.J.) foram confeccionadas de acordo as instruções dos fabricantes e divididas em oito grupos baseando-se nos procedimentos de união com os componentes do sistema adesivo ProBond. As 60 amostras de cada grupo foram subdivididas em três subgrupos com 20 amostras cada: Grupo 1, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 $\mu$ m; Grupo 2, condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 8%; Grupo 3, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu$ m e condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 8%. Posteriormente, oito diferentes procedimentos de união foram usados para unir 10 cilindros de resina composta nas superfícies da cerâmica em cada grupo. A resistência ao cisalhamento (MPa) foi determinada na Instron após armazenagem em água por 24 horas a 37°C e após três meses e termociclada. Os resultados mostraram que a silanização é o principal fator para a longevidade do reparo em cerâmica. O tratamento de superfície com jateamento de partículas de óxido de alumínio seguido pelo condicionamento com ácido hidrófluorídrico em conjunto com os procedimentos de união com silano obteve os maiores valores de resistência da união entre o compósito e a cerâmica.

KAMADA *et al.*, em 1998, avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Cerec 2 (Vita) na resistência de união ao cisalhamento empregando os cimentos resinosos Super-Bond C&B (Sun-Medical), Panavia 21 (Kuraray), Claparl (Kuraray) e Vita Cerec Duo Cement (Vita). Foram confeccionadas amostras retangulares (10 mm de comprimento x 8 mm de largura x 2,5 mm de espessura) e cilíndricas (6 mm de diâmetro x 2,5 mm de espessura),

sendo abrasionadas com papel de carbetto de silício de granulação 600, servindo este tratamento como controle (grupo 1). Outros três tratamentos de superfície foram avaliados: condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 60 segundos e lavagem por 5 segundos (grupo 2); aplicação de um agente de silanização e secagem por 5 segundos (grupo 3); e condicionamento ácido seguido da aplicação do silano semelhante aos grupos 2 e 3 (grupo 4). As amostras de cerâmica com tamanhos distintos foram unidas com um dos quatro cimentos resinosos em uma área de união de 4 mm de diâmetro delimitada por fita adesiva. Metade das amostras foram armazenadas em água a 37° C por 24 horas e a outra metade foi submetida a 20.000 ciclos térmicos a 4° e 60° C por 1 minuto cada banho antes do ensaio de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/minuto. Os tipos de falhas foram observados em microscópio ótico. Os resultados mostraram que o tratamento com silano aumentou a resistência ao cisalhamento comparado com o grupo controle, não sendo o mesmo observado quando realizado apenas o condicionamento ácido. Não houve diferença estatística nos valores de união quando a cerâmica foi tratada com silano ou quando associado o condicionamento ácido e silano. Após ciclagem térmica, todos corpos-de-prova tratados com o ácido fosfórico e silano, exceto os cimentados com Super-Bond C&B, apresentaram falha coesiva na cerâmica. Os autores concluíram que a aplicação do silano foi essencial para obtenção de maior resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica.

SHAHVERDI *et al.*, em 1998, avaliaram o efeito de diferentes tipos de tratamentos superficiais na resistência da união ao cisalhamento na interface

cerâmica/ resina composta. Cento e dez botões metálicos foram fabricados com liga de Ni-Cr e sobre estes a cerâmica Vita VMK68 (Vita Zahnfabrik, Alemanha) com espessura de 2,5 mm foi condensada e sinterizada. As superfícies das amostras foram planificadas com micromotor e divididas em 5 grupos principais com 22 amostras cada. No grupo 1, foi realizado o jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 µm por 60 segundos e pressão de 50 psi seguido por lavagem, secagem e condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 5% por 60 segundos. Para o grupo 2, as superfícies foram asperizadas com pedras (Silistor®, Kulzer) lavadas, secas e aplicação do silano (Silicer®, Silistor, Kulzer). No grupo 3, após o jateamento e condicionamento como no grupo 1, outro tipo de silano foi aplicado sobre a superfície por 30 segundos. No grupo 4, as amostras foram condicionadas e silanizadas com Monobond-S (Vivadent). E, finalmente, no grupo 5 foram realizados o jateamento e silanização com Monobond-S (Vivadent). Em todos os grupos o agente de união (Adhesive Bond II, Kulzer) foi aplicado e fotopolimerizado. Em seguida, cilindros de resina composta com 5,5 mm de diâmetro por 5,6 mm de altura foram confeccionados sobre as superfícies tratadas. Cada grupo foi subdividido em dois subgrupos com 11 corpos-de-prova cada para serem armazenados por 24 horas e 30 dias em água destilada à temperatura ambiente. Após o período de armazenagem, para 30 dias, os corpos-de-prova foram submetidos a 200 ciclos térmicos a 5°C e 55°C e submetidos ao teste de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram que o período de armazenagem e a termociclagem diminuíram a resistência da união. Por outro lado o uso do silano juntamente com a combinação do jateamento / ácido hidrofúorídrico aumentou os valores de resistência da união.

LEEVAILOJ *et al.*, em 1998, avaliaram a incidência à fratura de coroas confeccionadas com as cerâmicas In-Ceram (Vita) e VitaDur Alpha (Vita) cimentadas com o cimento de ionômero de vidro convencional Fuji I (GC), dois cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, Fuji Plus (GC) e Vitremer (3M), e dois cimentos resinosos, Advance (Caulk/Dentsply) e Panavia 21 (Kuraray). Foram realizados preparos para coroa total em 50 premolares superiores humanos para cada um dos sistemas cerâmicos. Os preparos foram moldados com silicone por adição e obtidos troquéis refratários sobre os quais foram confeccionadas as coroas de acordo com as instruções dos fabricantes. Os dentes com as respectivas coroas foram divididos em cinco grupos de dez cada, sendo as coroas cimentadas com os diferentes cimentos. Os corpos-de-prova foram armazenados em solução de 0,8% de cloreto de sódio por 2 meses, sendo verificada a ocorrência de fratura após 1 hora, 6 horas, 24 horas, 2 dias, 3 dias, 1 semana, 2 semanas, 3 semanas, 1 mês e 2 meses. Os corpos-de-prova que não fraturaram durante o período de armazenagem foram submetidos ao teste de compressão numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/minuto. Os autores observaram que ocorreu fratura das coroas durante os 2 meses de armazenamento apenas com o cimento resinoso Advance, sendo de 100% para as coroas de VitaDur Alpha e de 30% para as coroas de In-Ceram. O tipo de cimento empregado não influenciou a resistência à fratura das coroas de In-Ceram, sendo estas mais resistentes que as coroas de VitaDur Alpha. Os autores concluíram que o cimento resinoso Advance deveria ser evitado para a

cimentação de coroas em cerâmica pura devido à expansão do material pela absorção de água.

CHEN *et al.*, em 1998, avaliaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento nas mudanças micro-estruturais da cerâmica Cerec 2 (Vita) e na resistência de união entre esta e a resina composta. Foram confeccionadas 54 amostras retangulares (10 mm de comprimento x 8 mm de largura x 2,5 mm de espessura) e 48 amostras cilíndricas (8 mm de diâmetro x 2,5 mm de espessura) da cerâmica, sendo divididas em seis grupos de nove unidades retangulares e oito unidades cilíndricas. Após o desgaste com papel abrasivo de carbeto de silício de granulação 600, as superfícies a serem unidas foram condicionadas com ácido fluorídrico a 5% por 0, 5, 30, 60, 120 e 180 segundos para os grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6, respectivamente, seguido de lavagem com água por 1 minuto, limpeza em ultrassom com água destilada por 5 minutos e secagem com jato de ar por 30 segundos. Uma amostra retangular de cada grupo foi preparada para observação em microscópio eletrônico de varredura. Fita adesiva com orifício de 5 mm de diâmetro foi fixada no centro de cada amostra retangular para padronizar a área de união e a espessura do 50  $\mu$ m de cimento resinoso. Fina camada de cimento resinoso foi aplicada na área de união da amostra retangular e sobre a amostra cilíndrica, sendo as duas cerâmicas unidas com uma carga de 5 N. O excesso de cimento foi removido, e a fotoativação foi realizada em duas direções opostas por 40 segundos cada. Os corpos -de- prova foram armazenados em água a 37° C por 24 horas e submetidos ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/minuto. As falhas foram analisadas em

microscópio ótico. Microscopia eletrônica de varredura evidenciou que a cerâmica condicionada por 120 e 180 segundos apresentou-se mais rugosa e com microretenções mais profundas. Os resultados mostraram que dentro da variação de 0 a 120 segundos, quanto maior o tempo de condicionamento, maior a resistência de união, sendo a maior média obtida quando a cerâmica foi condicionada por 120 segundos (43 MPa). O condicionamento por 180 segundos, entretanto, resultou em diminuição na resistência de união (40 MPa), não sendo estatisticamente diferente do grupo condicionado por 120 segundos. Nos grupos 4, 5 e 6, as falhas foram predominantemente coesivas na cerâmica. Os autores concluíram que os valores de resistência de união correspondem diretamente às mudanças microestruturais da superfície da cerâmica causadas pelo condicionamento ácido.

AWLIYA *et al.*, em 1998, avaliaram a influência de diferentes tipos de tratamento na superfície da cerâmica Procera AllCeram na resistência da união ao cisalhamento. Amostras cilíndricas da cerâmica Procera, de 6 mm de diâmetro e 8 mm de comprimento, foram confeccionadas no laboratório (Stockolm, Suécia). Em seguida, foram planificadas com discos de diamantes e divididas em 4 grupos com 10 amostras cada: Grupo 1, condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 9,6% por dois minutos; Grupo 2, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  por 15 segundos; Grupo 3, asperização da superfície com ponta diamantada e condicionamento com ácido fosfórico a 37% por dois minutos; Grupo 4, grupo controle, sem tratamento. As amostras foram observadas em microscópio eletrônico de varredura para análise da superfície. Para o teste de

resistência da união ao cisalhamento, os mesmos tratamentos foram realizados em outras amostras, as quais foram fixadas com cimento resinoso Enforce. Os corpos-de-prova devidamente confeccionados foram armazenados em água destilada por sete dias. Após o período de armazenagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento numa máquina Instron a velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram maiores valores de resistência da união para o grupo jateado com partículas de óxido de alumínio e os menores valores para o grupo do condicionamento com ácido hidrofúorídrico. Isso talvez possa ser explicado pela diferença na microestrutura da superfície após o tratamento. No jateamento com óxido de alumínio, os cristais se sobressaíram formando microrretenções; diferentemente da superfície condicionada com ácido hidrofúorídrico, o qual “atacou” apenas os limites granulares visíveis dos cristais da superfície da cerâmica monofásica. O silano atuou como um “molhador”, aumentando a energia de superfície pois a ação do silano sobre a alumina é baixa.

BERRY *et al.*, em 1999, avaliaram a influência do tempo de armazenagem em água na resistência da união entre resina composta e porcelana. Cento e sessenta amostras da cerâmica Vita VMK68 (12 x 12 x 2 mm) foram confeccionadas e as superfícies planificadas com lixas de granulação decrescente. Em seguida, as amostras foram limpas com solução de água destilada e metanol a 99,8% em ultra-som por 15 minutos. As amostras foram divididas em 4 grupos de 10 amostras cada. Foram ensaiados 4 sistemas de silanização comercialmente disponíveis: dois sistemas de composição única, o

Cerinate Prime (Den-Mat Co) e o Mirage (Chameleon Dental Products); dois sistemas de duas misturas, o Mirage (Chameleon Dental Products) e o Fusion (George Taub Products). O agente silano foi aplicado sobre as superfícies de cada grupo individualmente seguindo as instruções de cada fabricante. Sobre estas superfícies silanizadas, um cilindro de resina composta com 2,97 mm de diâmetro por 2 mm de espessura foi construído. Em seguida, cada subgrupo foi armazenado em água na temperatura ambiente por 24 horas, 1 semana, 1 mês e 3 meses. Após cada período, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento numa Instron com velocidade de 0,5 mm/minuto. As superfícies fraturadas foram analisadas para determinar o modo de falha. Os resultados mostraram que para todos os grupos houve um aumento significativo na resistência da união após uma semana quando comparado ao grupo controle (24 horas). Com exceção do sistema de composição única, Cerinate Prime, todos os outros sistemas mostraram maiores valores no período de 3 meses do que nos períodos de 24 horas e 1 semana. Os autores concluíram que a resistência da união entre a resina e a cerâmica silanizada aumentou com o decorrer do tempo de armazenagem, sugerindo ser a união química mais importante do que a mecânica promovida pelo sistema de silanização. Finalmente, a resistência da união variou entre os diferentes sistemas de silanização usados neste estudo.

SINDEL *et al.*, em 1999, avaliaram a confecção de núcleo e materiais para fixação considerando seus efeitos na formação de fendas de coroas puras da cerâmica IPS Empress. Cinquenta de seis terceiros molares foram preparados com término de 1,5 mm em dentina. Cerca de 60% do volume dentinário foi

removido e restaurado com resina composta ou com cimento de ionômero de vidro modificado por resina. Foram confeccionados *copings* com a cerâmica IPS Empress e cimentados com diferentes materiais: Grupo 1, núcleo confeccionado com Dyract Cem e o *coping* cimentado com Dyract Cem; Grupo 2, núcleo de Tetric cimentado com Dyract Cem; Grupo 3, núcleo de Tetric cimentado com Variolink Low; Grupo 4, núcleo Dyract Ap cimentado com Dyract Cem; Grupo 5, núcleo de Dyract AP cimentado com Variolink Low; Grupo 6, núcleo Hytac e cimento experimental; Grupo 7, núcleo de Fuji II LC cimentado com Fuji Plus. Para cada grupo, os volumes do núcleo e dos cimentos foram determinados. O condicionamento com ácido fluorídrico a 5% foi realizado na superfície da cerâmica por 60 segundos, lavado por 60 segundos, aplicado o silano e seguido pelo agente de união. As superfícies dentárias e os núcleos construídos foram tratados de acordo com as instruções do fabricante para cada material. Os dentes restaurados foram armazenados em solução salina a 0,9% a 37°C e as superfícies dos *copings* foram examinadas após 1, 3, 6, 9 e 12 meses em microscópio óptico. Os resultados mostraram que após 12 meses de armazenagem as coroas de cerâmica permaneciam intactas para o grupo de núcleo de resina composta e cimento resinoso. O uso de compômeros e cimentos de ionômero de vidro modificado por resina para confecção dos núcleos ou cimentação sempre resultou em fraturas da coroa. Os autores concluíram que a expansão higroscópica dos cimentos de ionômero de vidro modificado por resina/ compômeros provocou fratura das cerâmicas puras quando usados para núcleos ou cimentação.

KRÄMER *et al.*, em 1999, avaliaram clinicamente a *performance de inlays e onlays* do sistema IPS Empress durante 4 anos cimentados adesivamente com margens parcialmente localizadas abaixo da junção amelocementária. Noventa e seis coroas de IPS Empress foram fixadas em 34 indivíduos por 6 cirurgiões-dentistas. As restaurações foram fixadas com 4 cimentos: Dual Cement (n=9), Variolink Low (n=32), Variolink Ultra (n=6) e Tetric (n=49). As superfícies das cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico a 4,5% e silanizadas. A superfície do dente foi condicionada com ácido fosfórico a 37% e aplicado o adesivo Syntac Classic. As restaurações foram avaliadas no início, 6 meses, 1, 2 e 4 anos por 2 cirurgiões-dentistas através do método USPHS. Uma amostra representativa das restaurações foi observada em microscópio eletrônico de varredura para avaliar o desgaste. Os resultados mostraram que 7 das 96 restaurações avaliadas necessitaram ser substituídas. Quatro *inlays* fraturaram coesivamente e 3 dentes foram tratados endodonticamente. Deterioração significativa foi encontrada na adaptação marginal após 4 anos. Setenta e nove por cento das restaurações exibiram deficiências marginais independentes do cimento resinoso usado. Os autores concluíram que 7% das restaurações falharam, e 79% apresentaram deficiências marginais após 4 anos. O sistema IPS Empress apresentou resultados clínicos satisfatórios.

HORNBROOK & CULP, em 1999, relataram que o uso de cerâmicas sem estrutura metálica em Odontologia tem sido empregado a fim de proporcionar uma aparência natural e vital às restaurações de dentes anteriores. O aparecimento

crecente de sistemas cerâmicos sem metal é o resultado direto dos inconvenientes associados às restaurações metalocerâmicas, tais como a impossibilidade de que a luz atravesse a subestrutura e a necessidade de opacificadores para mascarar a cor escura do metal. O uso de sistemas cerâmicos condicionados e fixados de forma adesiva proporciona alternativas ao uso do metal quando a estética é fundamental no tratamento. No entanto, as cerâmicas sem metal restringem-se às restaurações unitárias devido à baixa resistência à flexão dos materiais cerâmicos e a sua incapacidade de suportar forças oclusais presentes em prótese de vários elementos. Com objetivo de estender a indicação das cerâmicas sem metal para a confecção de próteses fixas, foi desenvolvida a cerâmica IPS Empress 2, que é composta por uma cerâmica vítrea de di-silicato de lítio como infra-estrutura em substituição ao metal, combinada com uma cerâmica vítrea sinterizada para cobertura. O material de infra-estrutura proporciona suporte e, o material de cobertura, as propriedades óticas de opalescência e fluorescência. Como resultado da alta resistência, pode ser empregada a técnica da cimentação convencional com cimento de ionômero de vidro quando as condições clínicas impossibilitam a fixação adesiva, sendo indicado pelo fabricante o cimento de ionômero de vidro modificado por resina Pro Tec CEM (Vivadent).

SEVERANCE, em 1999, destacou que a busca da combinação ideal de resistência por parte da formação cristalina e estética através da translucidez do material levou ao desenvolvimento de uma cerâmica vítrea de di-silicato de lítio

com produção controlada da cristalização. Com este material foi possível conseguir um conteúdo cristalino maior de 60% em volume, e também uma translucidez realçada da estrutura. Pelo fato do índice de refração dos cristais de di-silicato de lítio serem semelhantes ao da matriz vítrea, o elevado conteúdo de fase cristalina não compromete ou dispersa a passagem da luz através do material. Estes cristais de di-silicato de lítio têm comprimento de 0,5 a 4,0  $\mu\text{m}$ , e formam uma estrutura interconectada, proporcionando resistência acima de 300 MPa. Portanto, este material pode ser indicado para confecção de coroas totais anteriores e posteriores, assim como para próteses fixas de três elementos até o segundo pré-molar, sendo a área edêntula com espaço de 9 mm para pré-molares e de 11 mm para a região anterior. É empregada a técnica da cera perdida, em que a cerâmica, fornecida na forma de lingotes, é fundida e injetada no interior de um molde de revestimento empregando o forno específico do sistema. A cerâmica de cobertura é uma cerâmica vítrea sinterizada que possui também conteúdo cristalino, fornecida na forma de pó, que é aplicada diretamente sobre a subestrutura através da técnica convencional de sinterização e estratificação. Os cristais formados através da cristalização são de fluorapatita, os quais têm forma de agulhas, muito semelhantes aos existentes no esmalte natural, proporcionando compatibilidade com o desgaste natural, translucidez, fluorescência, opalescência e brilho presentes nos dentes naturais. Portanto, o sistema IPS Empress 2 é uma cerâmica vítrea com propriedades físicas e óticas superiores.

SORENSEN *et al.*, em 1999, descreveram que o desenvolvimento da micro-estrutura altamente cristalina que forma o material de infra-estrutura da cerâmica IPS Empress 2 foi desenvolvida por Höland e Schweiger. Esta fase cristalina contém mais de 60% em volume de cristais de di-silicato de lítio que estão densamente dispostos e unidos uniformemente à matriz vítrea. Esta estrutura de cristais impede a propagação de fendas, aumentando a resistência à fratura e à flexão para  $340 \pm 20$  MPa. A cerâmica de cobertura é um pó disponível em ampla variedade de cores para dentina e esmalte, e contém cristais de fluorapatita, que são semelhantes em estrutura e propriedades óticas da dentição natural. Em relação à fixação de restaurações com o IPS Empress 2, o autor afirma que, apesar da fixação adesiva ser uma técnica muito mais complexa e sensível do que a convencional, esta tem sido preferida. No entanto, situações clínicas em que um adequado isolamento não é possível, como nos preparos subgingivais, pode ser empregado o cimento de ionômero de vidro híbrido com baixa expansão (ProTec CEM) para a cimentação convencional de coroas e próteses fixas com recobrimento total.

SEN *et al.*, em 2000, avaliaram um método alternativo para conseguir uma união estável entre cerâmica aluminizada infiltrada por vidro e dois cimentos resinosos, a perda de volume e a estrutura da superfície sob diferentes tratamentos. Foram confeccionadas amostras em forma de disco com 5 mm diâmetro por 3 mm de espessura com a cerâmica In Ceram e divididas em dois grupos: Grupo 1, superfície jateada com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu$ m;

e, Grupo 2, superfície jateada com partículas de diamante sintéticas (1 a 3  $\mu\text{m}$ ). Para os dois grupos a área tratada foi de 5 mm de diâmetro e usando pressão de 2,5 bars, por 14 segundos. Cilindros de resina composta com 4 mm de diâmetro por 15 mm de altura foram fixados nas amostras e cada grupo foi subdividido em dois para fixação com Panavia EX e SuperBond. Após a polimerização, os corpos-de-prova foram armazenados a 37°C por uma semana seguida por 1000 ciclos térmicos com banhos de 15°C e 60°C. Em seguida, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento numa Instron com 0,5 mm/minuto. Os resultados mostraram que os maiores valores de resistência de união foram obtidos nos corpos-de-prova jateados com partículas de diamante em relação as jateadas com partículas de óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$ , pois esta superfície apresentou os maiores valores de rugosidade e troca na estrutura da superfície. Os autores concluíram que o Panavia mostrou valores de resistência superior ao SuperBond.

BRAGA *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento entre cerâmica feldspática (Noritake Super Porcelain EX-3) e dentina bovina em diferentes intervalos de tempo e quatro sistemas de união: C&B/ One Step; Enforce/ Prime&Bond NT Dual Cure; Rely X ARC/ Single Bond e Variolink II/ Syntac SC. Os canais radiculares foram cortados transversalmente para se obter discos com 2,5 mm de espessura e a abertura destes canais foi padronizada com brocas e tratado de acordo com as instruções de cada fabricante para cada tipo de cimento/adesivo utilizado. Duzentos cones de cerâmica foram confeccionados e

condicionados com ácido fluorídrico a 4% por 4 minutos e silanizados para serem unidos aos discos de dentina bovina. Apenas para os cimentos C&B e Variolink aplicava-se o agente de união sobre superfície da cerâmica. Após a fixação, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento com uma esfera metálica colocada sob a superfície menor da cerâmica e submetidas à compressão até a fratura. Os tempos de intervalo para o ensaio foram de 15 minutos, 4, 12, 24 horas e 7 dias. Os resultados mostraram diferenças estatísticas entre 15 minutos e 7 dias para Variolink e Syntac; e, entre 15min e 24horas para Enforce. Já para o cimento C&B a diferença foi entre 15 min e 4 horas. Entretanto, entre 24 horas e 7 dias, apenas o sistema Relay X mostrou um aumento significativo na resistência da união. Através da microscopia eletrônica de varredura pode-se observar falhas na camada híbrida/dentina e/ou camada híbrida/adesivo não considerando o intervalo de tempo e o sistema adesivo. Os autores concluíram que os maiores valores de resistência de união foram obtidos com os cimentos de dupla polimerização após 15 minutos. Em geral, os valores encontrados para 24 horas ou 7 dias foram maiores do que a 15 minutos.

HÖLAND *et al.*, em 2000, compararam a micro-estrutura e as propriedades entre as cerâmicas IPS Empress e IPS Empress 2 (Ivoclar). Foi confeccionada uma coroa total em IPS Empress e uma prótese fixa de três elementos em IPS Empress 2, sendo aplicada a cerâmica de estratificação à base de leucita sobre a estrutura de IPS Empress, e a cerâmica de estratificação à base de apatita sobre a estrutura de IPS Empress 2. Após completada as restaurações, as mesmas foram seccionadas e as superfícies condicionadas com solução aquosa de ácido

fluorídrico a 2,5 % por 10 segundos, sendo a cerâmica de estratificação IPS Empress 2 condicionada com solução aquosa de ácido sulfúrico a 30% e ácido fluorídrico a 4% por 10 segundos. As amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura e as fases cristalinas determinadas pela análise de difração de raios-X. As propriedades mecânicas, ópticas, térmicas e químicas foram determinadas seguindo as especificações da ISO. A microscopia eletrônica de varredura evidenciou que o condicionamento dissolveu a matriz vítrea a partir da superfície em poucos micrometros, expondo os cristais. Foi possível observar os cristais de leucita precipitados na matriz vítrea da cerâmica IPS Empress, assim como os cristais alongados de di-silicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) medindo 0,5 a 4  $\mu\text{m}$  de comprimento na cerâmica IPS Empress 2. O di-silicato de lítio correspondeu à principal fase cristalina, sendo os cristais de ortofosfato de lítio ( $\text{Li}_3\text{PO}_4$ ) a segunda fase, os quais não são visualizados devido ao condicionamento ácido. Esta fase cristalina é caracterizada como uma pequena fase com cristais de aproximadamente 0,1 a 0,3  $\mu\text{m}$  de diâmetro, e está localizada na matriz vítrea e na superfície dos cristais de di-silicato de lítio, que corresponde aos pequenos orifícios na superfície destes cristais. O conteúdo de di-silicato de lítio foi de  $70 \pm 5$  % em volume, em comparação com  $35 \pm 5$  % em volume de leucita para a cerâmica IPS Empress. A cerâmica para estratificação IPS Empress 2 evidenciou cristais de apatita muito finos dispersos e precipitados na matriz vítrea. Estes cristais foram determinados como sendo de fluorapatita pela análise de difração de raios-X, medindo 300 nm a 3  $\mu\text{m}$  de comprimento. A resistência à flexão da cerâmica IPS Empress 2 foi  $400 \pm 40$  MPa comparado com  $112 \pm 10$

MPa para a cerâmica IPS Empress. A cerâmica IPS Empress 2 foi menos abrasiva ao esmalte dental ( $1,3 \text{ mm}^2$ ) em comparação com a IPS Empress ( $6,1 \text{ mm}^2$ ). A estrutura de di-silicato de lítio mostrou translucidez comparável com o IPS Empress e a dentição natural. O coeficiente de expansão térmico linear do IPS Empress 2 foi de  $10,6 \pm 0,25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ( $100 - 400^\circ \text{ C}$ ), e do IPS Empress foi de  $15,0 \pm 0,25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ( $25 - 500^\circ \text{ C}$ ). A durabilidade química do IPS Empress 2 foi maior. Os autores concluíram que, em comparação com a cerâmica IPS Empress, a cerâmica para estrutura IPS Empress 2 consiste de uma nova microestrutura de cristais de di-silicato de lítio envolvidos em uma matriz vítrea. O grau de cristalização do IPS Empress 2 é maior do que o IPS Empress, portanto, suas propriedades mecânicas são maiores.

KITASAKO *et al.*, em 2000, determinaram a influência do meio na durabilidade de uniões adesivas de três cimentos resinosos à superfície de dentina bovina durante o período de um ano. Dez amostras foram confeccionadas para cada material de fixação (Panavia 21, Kuraray Co.; BISTITE, Tokuyama Co; MASA Bond, Sun Medical Co.) em quatro meios de estocagem: água não trocada por um período de um ano, água trocada diariamente, solução salina tamponada trocada toda semana por um período de um ano e solução salina tamponada não trocada por um ano. Dez amostras foram confeccionadas para cada material, para serem submetidas ao ensaio de cisalhamento após 24h (controle) e dez após 1 ano para cada meio de estocagem. Conservantes ou antimicrobianos não foram utilizados, tanto na água quanto na solução salina, cujo aquecimento prévio a

37°C foi conduzido antes das trocas para evitarem-se efeitos de termociclagem. Os resultados mostraram não haver diferença estatística entre a água e a solução salina para os três cimentos ensaiados, porém os resultados foram diferentes estatisticamente quando os meios de estocagem foram trocados, sendo que os grupos inalterados apresentaram os maiores valores de resistência ao cisalhamento. Os autores concluíram que a troca do meio de estocagem pode ser útil para acelerar os ensaios de resistência de união ao longo prazo, e que talvez ocorra por aumentar a hidrólise nas interfaces cimento/camada híbrida/dentina.

DRUMMOND *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência à flexão sob carga cíclica e estática, e a resistência à fratura sob carga estática de seis cerâmicas. Especificamente, a intenção foi comparar a resistência de quatro cerâmicas reforçadas por leucita com uma cerâmica feldspática de baixa fusão e uma experimental contendo di-silicato de lítio. Amostras em forma de retângulo foram confeccionadas para as três cerâmicas (2,5 x 5 x 20 mm) e submetidas ao teste de resistência à flexão de três pontos, resistência à fratura imediatamente e após a armazenagem em água destilada e ao ar por três meses. Análises de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foram feitas sobre as superfícies fraturadas e polidas. Os resultados mostraram que a resistência à flexão para os grupos controle em ar ou água (sem envelhecimento ou carga cíclica) variou entre 67 a 99 MPa, exceto para a cerâmica experimental que foi duas vezes mais forte (191 a 205 MPa). A resistência à fratura variou de 1,1 a 1,9 MPa/m<sup>0,5</sup> com 2,7 MPa/m<sup>0,5</sup> para a cerâmica experimental. O efeito do teste em água e armazenado por três meses

causou diminuição na resistência à flexão (6-17%) e de moderada a severa redução na resistência à fratura (5-39%). A maior diminuição na resistência à flexão foi observada quando as amostras foram submetidas às cargas cíclicas. As melhores propriedades mecânicas observadas para a cerâmica experimental de di-silicato de lítio são atribuídas ao tamanho da partícula e sua distribuição uniforme na cerâmica e não necessariamente na diferença em composição.

LUO *et al.*, em 2001, avaliaram os efeitos do tempo de condicionamento sobre a superfície da cerâmica IPS Empress 2 através dos estudos de microscopia de força atômica (AFM) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Vinte e uma amostras de cerâmica foram confeccionadas a partir de lingotes de IPS Empress 2 através da técnica da cera perdida e pressão a elevadas temperaturas. Todas as amostras foram submetidas ao acabamento com lixas de granulação 400, 600 e 800 e polidas com pastas de diamante. Em seguida, as amostras foram limpas em ultrassom por 5 minutos antes e após o condicionamento com ácido fluorídrico a 9,6%. Os tempos de condicionamento foram 0, 10, 20, 30, 60, 90 e 120 segundos respectivamente para cada grupo. A microestrutura da superfície foi analisada através do MEV e microscopia de força atômica para avaliar a rugosidade e topografia desta superfície. Os resultados em MEV mostraram que o condicionamento com ácido fluorídrico promoveu uma dissolução preferencial da matriz vítrea e que os cristais de di-silicato de lítio suportados parcialmente dentro dessa matriz vítrea eram perdidos com aumento do tempo de condicionamento. Pela AFM pode-se observar que o condicionamento aumentou a rugosidade da cerâmica. Uma regressão linear

simples revelou correlação positiva entre rugosidade superficial e tempo de condicionamento.

ÖRTENGREN *et al.*, em 2001, avaliaram a sorção e solubilidade dos compósitos odontológicos utilizado para restauração direta TPH Spectrum, dois compósitos indiretos Alcaglass e Targis, e três cimentos resinosos C&B Cement, Sono Cem e Variolink II; e, ainda, identificaram os monômeros liberados em ambiente aquoso. Duzentas amostras (15 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura) foram preparadas utilizando uma matriz metálica. O teste de sorção e solubilidade foi realizado de acordo com a ISO 4049 (1988). As amostras de cada material foram divididas em 5 grupos com 15 amostras em cada grupo e armazenadas em água destilada a 37°C por 4 horas, 24 horas, 7, 60 e 180 dias. Após os períodos de armazenagem, as amostras foram pesadas e os valores de sorção/solubilidade calculados. Para identificar os monômeros liberados durante os períodos de armazenagem foi realizada uma seqüência laboratorial, cromatografia líquida de alta *performance*. A análise estatística revelou que o cimento resinoso Sono Cem obteve a menor sorção durante a armazenagem, seguida pelos compósitos Targis e TPH. Por outro lado, os cimentos resinosos C&B Cement e Variolink obtiveram os maiores valores de sorção seguido do Artglass. A solubilidade do Sono Cem e C&B aumentou com o aumento do tempo de armazenagem. Variolink e Targis mostraram diminuição na massa liberada. A cromatografia identificou o TEGDMA como o principal monômero liberado após 24 horas para os materiais C&B, TPH e Variolink. Os autores concluíram que a

sorção está relacionada com a presença de grupos hidroxila na matriz, os quais criam pontes de hidrogênio com a água. Já, a solubilidade é afetada pelo tipo de carga usada, o tratamento sobre esta e também pela presença de poros no material.

HOOSHMAND *et al.*, em 2002, avaliaram a resistência da união à tração entre cimento resinoso e cerâmica com diferentes tipos de tratamento relacionados ao agente de união e a superfície da cerâmica. A durabilidade da união também foi avaliada devido à grande importância relacionada à quebra hidrolítica do silano. Discos metálicos (4 mm de diâmetro e 15 mm de comprimento) de Ni/Cr foram confeccionados para apoiar os discos de cerâmica no teste de tração. Os discos foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  por 2 minutos. Após a limpeza em ultrassom, a cerâmica reforçada por leucita modificada (Mirage, Myron /USA) foi sinterizada sobre os discos metálicos seguindo as instruções do fabricante. As superfícies das cerâmicas foram planificadas com lixas de carvão de silício de granulação 400 e 600. Em seguida, o polimento das superfícies foi realizado com pasta diamantada de 7 - 1  $\mu\text{m}$ . Todas as amostras foram lavadas com água destilada e depois levadas ao ultrassom com acetona durante 15 minutos. Para o procedimento de aplicação do silano, as amostras foram divididas em 7 grupos (n=30) com os diferentes tratamentos: Grupo 1 - as amostras foram imersas na solução de silano (que consistia de  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxissilano a 2,5%) por 60 segundos e então secas com ar por 15 segundos; Grupo 2 - as amostras foram imersas na solução

por 60 segundos e secadas em um forno a 100°C por 2 minutos; Grupo 3 - o silano foi aplicado com o auxílio de uma ponta descartável por 60 segundos e secadas com ar por 15 segundos; Grupo 4 - igual ao 3, mas aquecido a 100°C por 2 minutos; Grupo 5 - igual ao 3 com o ar aquecido por  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  por 15 segundos; Grupo 6 - igual ao 5 com as amostras lavadas em água quente a 80°C por 15 segundos e secos com ar quente por 30 segundos; Grupo 7 - igual ao 6 seguido da aplicação de uma fina camada do adesivo (Variolink - Vivadent). Todas as amostras foram unidas aos pares com cimento resinoso de dupla ativação Variolink. Em seguida, as amostras foram armazenadas à seco à temperatura ambiente por 24 horas. Para comparar com os resultados das superfícies polidas, 3 métodos adicionais para tratar as superfícies da cerâmica foram realizados: Grupo 8 - jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$ ; Grupo 9 - condicionamento com ácido fluorídrico à 10% por 2 minutos; e, Grupo 10 - jateamento mais o condicionamento. A aplicação do silano foi de acordo com o grupo 7 seguido pela aplicação do adesivo e cimento resinoso. Estas amostras foram armazenadas secas à temperatura ambiente por 24 horas. Finalmente, para avaliar a durabilidade da união outros 6 grupos de amostras para cada um dos 4 métodos de preparação da superfície foram criados. As amostras em cada grupo (n=30) foram submetidas a 6 diferentes condições de armazenagem: 1 - em água destilada a 37°C por 24 horas; 2 - em água destilada a 37°C por 1 semana; 3 - em água destilada a 37°C por 1 mês; 4 - em água destilada a 37°C por 3 meses; 5 - em água destilada e termociclados 3000 vezes em banhos de 5 e 55°C; 6 - em água destilada a 100°C por 24 horas. A análise estatística revelou que o Grupo 7

(25,7 MPa), cuja solução de silano foi aplicada, apresentou a maior resistência da união do que os grupos 1, 2, 3, 4 e 6. Ao comparar os resultados do grupo 7 (superfície polida) com os resultados dos tratamentos superficiais (jateamento e condicionamento) observou-se que não houve diferença entre eles. Em relação à durabilidade da união, a armazenagem e a termociclagem não influenciaram na resistência da união para as cerâmicas polidas. Por outro lado, para as cerâmicas cujas superfícies foram jateadas, condicionadas e jateadas-condicionadas houve um aumento gradual na resistência da união o qual se tornou significativo após três meses de armazenagem. Para os grupos armazenados em água por 24 horas a 100°C houve diminuição na resistência da união para todos os tratamentos de superfície. Os autores concluíram que uma união durável entre compósito e cerâmica feldspática reforçada por leucita é obtida com uma melhora nos procedimentos de aplicação do silano sem a necessidade de união micromecânica. Isso ocorre devido a união do silano com a cerâmica ser mais resistente ao ataque hidrolítico do que a interface carga/matriz polimérica no cimento resinoso.

SPOHR *et al.*, em 2003 (no prelo), avaliaram a resistência à tração da união entre cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 (Ivoclar) e materiais de fixação com diferentes tratamentos na superfície da cerâmica, associado ou não à aplicação do silano. Foram confeccionados duzentos e quarenta discos em cerâmica com 5,5 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura e separados em 12 grupos de 10 pares de discos. Cada grupo foi submetido aos seguintes tratamentos: Grupos 1 e 7 – jateamento com óxido de alumínio 100 µm; Grupos 2 e 8 – jateamento com

óxido de alumínio 100 µm e aplicação do silano; Grupos 3 e 9 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm; Grupos 4 e 10 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm e aplicação do silano; Grupos 5 e 11 – condicionamento com ácido fluorídrico 10%, por 20 segundos; Grupos 6 e 12 – condicionamento com ácido fluorídrico 10%, por 20 segundos e aplicação do silano. Após, os discos em cerâmica dos grupos 1 a 6 foram unidos em pares com adesivo Single Bond e cimento resinoso Rely X, e os discos dos grupos 7 a 12, com cimento de ionômero de vidro modificado por resina ProTec CEM. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37° C durante 24 horas, seguido de 500 ciclos térmicos de 5° C e 55° C, com duração de 1 minuto em cada banho. Após, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em máquina Instron (Modelo 4411) com velocidade de 1 mm/minuto. O tipo de falha foi verificado numa lupa estereoscópica com aumento de 20 vezes. As médias dos resultados foram: Grupo 1 – 3,80 MPa; Grupo 2 – 8,35 MPa; Grupo 3 – 5,35 MPa; Grupo 4 – 11,84 MPa; Grupo 5 – 16,94 MPa; Grupo 6 – 25,36 MPa; Grupo 7 – 0,51 MPa; Grupo 8 – 3,61 MPa; Grupo 9 – 0,64 MPa; grupo 10 – 4,06 MPa; grupo 11 – 4,75 MPa; e, Grupo 12 – 11,20 MPa. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) e mostraram que a fixação com cimento resinoso Rely X proporcionou maiores valores de resistência à tração em relação ao ProTec CEM, independente do tratamento superficial da cerâmica e silanização ( $p < 0,05$ ); o tratamento da superfície da cerâmica com ácido fluorídrico a 10% forneceu maiores valores de resistência à tração ( $p < 0,05$ ) em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50 µm e 100 µm, independente do material de

fixação e silanização; a aplicação do silano aumentou a resistência de união da cerâmica em relação às superfícies sem aplicação do silano, independente do material de fixação e tratamento superficial da cerâmica. Nos corpos-de-prova fixados com o ProTec CEM, as falhas foram adesivas quando associado o jateamento com óxido de alumínio sem aplicação do silano, e predominantemente coesivas no cimento quando realizado condicionamento com ácido fluorídrico e silanização. Já, nos corpos-de-prova fixados com Rely X, as falhas foram predominantemente mistas.

### 3. PROPOSIÇÃO

O propósito deste estudo foi avaliar a resistência à tração da união de discos de cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 fixados com cimento resinoso Variolink II nas variáveis:

1. Efeito do tempo de armazenagem em água destilada por 24 horas e por 1 ano;
2. Tratamento de superfície através jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$  e do condicionamento com ácido fluorídrico a 10%.

## 4. MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1. Materiais

A descrição dos materiais, nome comercial e fabricante estão listados na Tabela 1. A composição e lote estão na Tabela 2.

Tabela 1- Descrição dos materiais utilizados no estudo.

MATERIAIS	NOME COMERCIAL	FABRICANTE
Cerâmica	IPS Empress 2	Ivoclar AG, Liechtenstein
Cimento resinoso	Variolink II	Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein
Silano	Monobond-S	Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein
Agente de união	Heliobond	Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein
Ácido fluorídrico	Ácido fluorídrico a 10%	Dentsply, Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil
Óxido de alumínio 50 $\mu$ m	Óxido de alumínio 50 $\mu$ m	BioArt Equipamentos Odontológicos Ltda., SP, Brasil
Óxido de alumínio 100 $\mu$ m	Óxido de alumínio 100 $\mu$ m	Pasom, Ind. e Com. de Materiais Odontológicos Ltda., SP, Brasil

Tabela 2 – Composição e lote dos materiais utilizados.

NOME COMERCIAL	COMPOSIÇÃO	LOTE
IPS Empress 2	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, ZnO, K <sub>2</sub> O, Li <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	DG 7298004
Variolink II Low	BisGMA, UDMA, TEGDMA; Vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio, óxidos mistos esferoidais; Catalisadores, estabilizadores e pigmentos	B32059 B30801
Monobond-S	3 metacriloxipropil-trimetoxissilano, água, solução de etanol contendo ácido acético	B29682
Heliobond	BisGMA, TEGDMA	B28016
Ácido fluorídrico 10%	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante	24557
Óxido de alumínio 50µm	Óxido de alumínio	103683-4
Óxido de alumínio 100µm	Óxido de alumínio	00731

Informações do fabricante (bula).

## 4.2. Método

### 4.2.1. Confecção dos discos em cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2

Foram confeccionados 180 discos em cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 (Figura 2b), utilizando uma matriz metálica tronco-cônica com 2,50 mm de altura por 7 mm no maior diâmetro e 5,30 mm no menor (Figura 1a).

Inicialmente foi aplicado o isolante Pumpen Spray (Degussa) na matriz e vertida a cera tipo II (Thowax- Alemanha) liquefeita por o aparelho (Bredent, Tipo 55 – Senden , Alemanha) no interior da matriz metálica para obtenção dos padrões em cera (Figura 1b). Após, dois padrões de cera foram unidos entre si por um segmento cilíndrico de cera com 3 mm de diâmetro x 3 mm de comprimento, e um conduto de alimentação com 3 mm de diâmetro x 6 mm de comprimento foi centralizado na face externa de um dos padrões de cera. Em seguida, esse formador do conduto de alimentação foi fixado no cilindro plástico com 12,2 mm de diâmetro por 30 mm de altura, de modo que três pares de padrões de cera fossem posicionados no cilindro plástico com uma inclinação de 60° em relação ao plano horizontal (Figura 1c). Posteriormente, esse formador de conduto foi fixado numa base plástica plana formadora de cadinho, com 50 mm de diâmetro interno por 56 mm de diâmetro externo por 20 mm de altura. Um cilindro confeccionado com papel especial para confinar o revestimento IPS Empress 2 foi posicionado na base.

Os padrões de cera foram incluídos com revestimento à base de fosfato IPS Empress 2 *Speed* (Ivoclar) (Figura 1d), na proporção de 100 gramas de pó por 16 ml de líquido (Ivoclar) e 11 ml de água destilada, espatulado mecanicamente a

vácuo, por 2 minutos num espatulador Multivac 4 (Degussa Co., Alemanha). Uma base plástica (50 mm de diâmetro interno x 56 mm de diâmetro externo x 20 mm de altura) foi posicionada na parte superior do anel para formar uma superfície plana necessária para o preenchimento da cerâmica no forno EP 600 (Ivoclar). Após a presa do revestimento, o anel de papel, o formador do conduto e as bases foram removidos. Em seguida, a confecção dos discos em cerâmica foi procedida da seguinte forma:

- 1- o bloco de revestimento juntamente com êmbolo de óxido de alumínio (12 mm de diâmetro por 37 mm de altura) foi levado ao forno elétrico (7000-5P, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos) aquecido previamente a 850°C e mantido por 90 minutos para eliminação da cera e expansão do revestimento;

- 2- em seguida, o bloco de revestimento foi removido do forno e imediatamente um lingote da cerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar, cor 400) foi posicionado no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levados ao forno EP 600 (Ivoclar), e mantidos por 20 minutos à temperatura de 920°C (Figura 2 a). Decorrido esse tempo, foi aplicada uma pressão de 5 bars por 15 minutos para que a cerâmica pudesse ser injetada no molde;

- 3- após o bloco de revestimento atingir a temperatura ambiente, o êmbolo de óxido de alumínio foi removido e, com auxílio de um disco de carboneto de silício, o bloco de revestimento foi cortado ao meio. Em seguida, os discos em cerâmica foram desincluídos utilizando o aparelho Oxyker Dry (Flli Manfredi - Itália) com partículas de vidro com 50 µm de diâmetro usando uma pressão de 4 bars para a remoção bruta do revestimento, e 2 bars para remoção do

revestimento próximo aos discos. A seguir, os discos foram limpos em ultra-som com agente de limpeza Invex (Ivoclar) por 10 minutos, seguido de lavagem em água corrente, secos com jatos de ar e jateados com com partículas de óxido de alumínio de 100  $\mu\text{m}$  com pressão de 1 bar. Posteriormente, o conduto de alimentação foi removido com disco diamantado (006, Bracar), e a região do conduto foi submetida ao acabamento com ponta diamantada, resultando no disco acabado (Figura 2b)

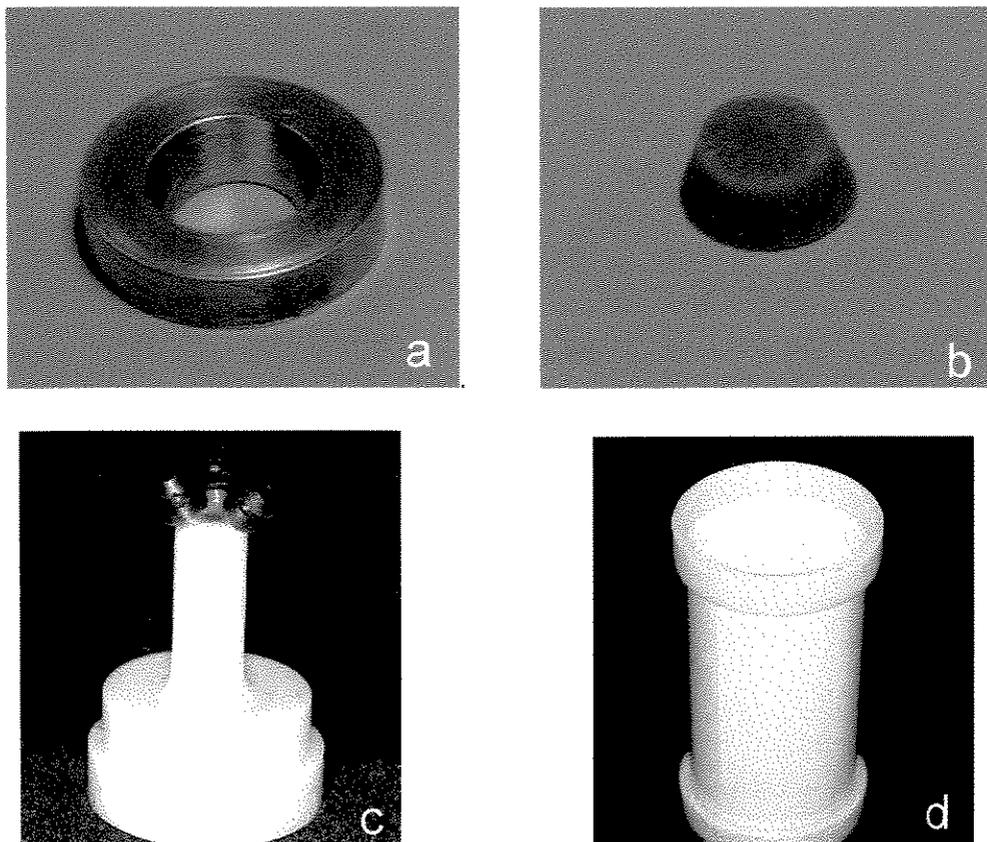


Figura 1 - Confeção dos discos em cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2: a) matriz metálica; b) padrão em cera; c) padrões de cera fixados no formador do conduto; d) padrões de cera incluídos no revestimento;

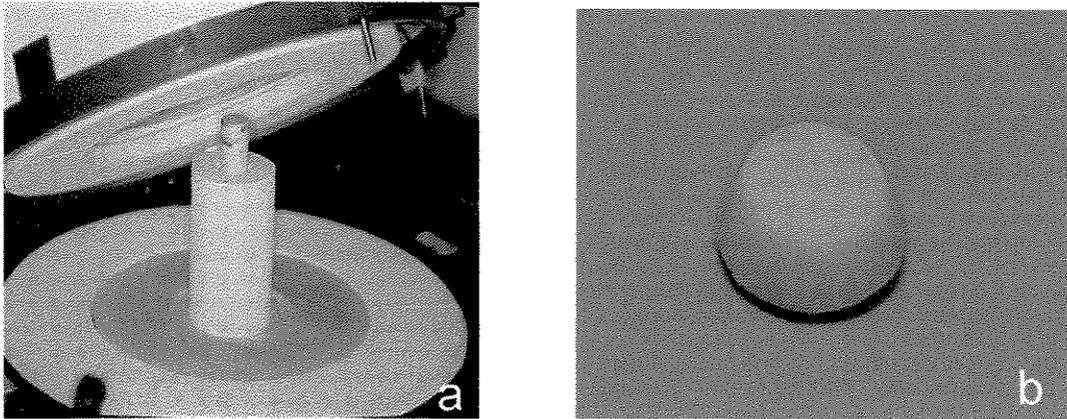


Figura 2 – Confeção dos discos em cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2:

- a) bloco de revestimento com êmbolo de óxido de alumínio no forno EP 600 e b) disco em cerâmica.

#### **4.2.2. Preparo dos corpos-de-prova para o ensaio de resistência à tração**

Os discos em cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 foram fixados com cera utilidade no orifício central com 5,8 mm de diâmetro por 1 mm de profundidade existente num cilindro metálico com 40 mm de diâmetro por 60 mm de altura, com um. O disco foi adaptado no cilindro, de modo que a base maior ficasse exposta 1,5 mm (Figura 3). Um rebaixo no cilindro metálico, estabelecendo um recorte de 2 mm de altura por 17 mm de diâmetro, permitiu a adaptação de um tubo de P.V.C. com 17 mm de diâmetro interno por 30 mm de altura. Dessa maneira, o disco de cerâmica ficava centralizado na extremidade do tubo de P.V.C.. Em seguida, a resina acrílica ativada quimicamente de cor rosa Jet Set (Clássico), proporcionada de acordo com as recomendações do fabricante, foi

vertida no interior do tubo de P.V.C. na fase arenosa. Após a polimerização da resina, o conjunto foi removido do cilindro metálico.



Figura 3 - Disco de cerâmica posicionado na matriz metálica.

Em seguida, o disco incluído em resina acrílica (Figura 4) foi levado num torno de bancada (TR-600) para a remoção da borda do tubo de P.V.C. e parte da resina acrílica circundante, com o intuito de permitir a remoção dos excessos de material durante o procedimento de fixação.

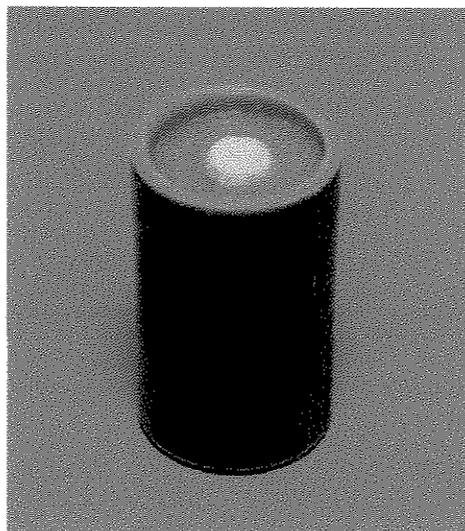


Figura 4 – Disco de cerâmica incluído em resina acrílica ativada quimicamente.

Posteriormente, os cilindros de resina acrílica contendo os discos de cerâmica foram posicionados individualmente na região central de uma base metálica circular preenchida com resina acrílica, medindo 20,5 mm de diâmetro interno por 60 mm de diâmetro externo por 38 mm de altura (Figura 5a). A superfície da cerâmica foi mantida paralela à superfície da base metálica em posição fixa por meio de um parafuso inserido na face lateral da base metálica.

Em seguida, com o auxílio de uma politriz (APL-4, Arotec Ind. e Com. Ltda, São Paulo) (Figura 5b) e lixas de papel de carbeto de silício (Carburundum) de granulação número 400 e 600, a superfície da cerâmica recebeu acabamento com leve pressão, sob refrigeração, usando como base o suporte metálico com resina acrílica até conseguir uma área plana com diâmetro de 5,50 mm, verificado com o uso de um paquímetro digital (Mitutoyo), com precisão de 0,01 mm.

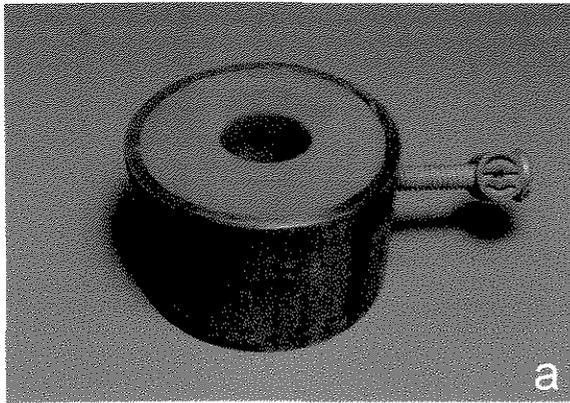


Figura 5 - Acabamento da superfície dos discos de cerâmica: a) base metálica para fixação do disco de cerâmica incluído em resina acrílica; b) acabamento da superfície da cerâmica na politriz.

Em metade dos cilindros em resina acrílica foi confeccionado um orifício transversal, com 5 mm de diâmetro, distante 8 mm da base inferior, com uma furadeira de bancada (FG-13, Ferrari, São Carlos, São Paulo) (Figura 6b). A perfuração ficou perpendicular ao longo eixo do cilindro, permitindo que o sistema de tração o fixasse à máquina de ensaios. Na outra metade dos cilindros foi confeccionado um entalhe de 5 mm de largura e 5 mm de profundidade em toda a circunferência do cilindro (Figura 6a).

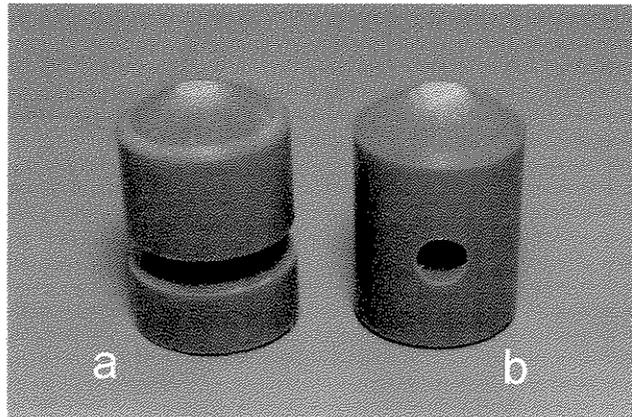


Figura 6 – Cilindro de resina acrílica com entalhe (a) e com perfuração lateral (b).

Em seguida, os pares de cilindros de resina acrílica foram divididos aleatoriamente em 6 grupos, com 15 pares cada, conforme o tratamento de superfície e o período de armazenagem (Quadro1).

Quadro 1 – Descrição da divisão dos grupos de ensaio utilizados neste estudo com os respectivos tratamentos de superfície e o período de armazenagem.

<b>GRUPO</b>	<b>Material de Fixação</b>	<b>Tratamento de superfície</b>	<b>Tempo de Armazenagem</b>
1	Variolink II + Heliobond + Silano	Jateamento 50 $\mu\text{m}$ , 5 seg	24 horas
2	Variolink II + Heliobond + Silano	Jateamento 100 $\mu\text{m}$ , 5 seg	24 horas
3	Variolink II+ Heliobond + Silano	Ácido fluorídrico 10%, 20 seg	24 horas
4	Variolink II+ Heliobond + Silano	Jateamento 50 $\mu\text{m}$ , 5 seg	1 ano
5	Variolink II+ Heliobond + Silano	Jateamento 100 $\mu\text{m}$ , 5 seg	1 ano
6	Variolink II+ Heliobond + Silano	Ácido fluorídrico 10%, 20 seg	1 ano

#### **4.2.3. Tratamento da superfície dos discos de cerâmica e procedimento de união**

**Grupo 1** - A superfície de trinta discos foi jateada com óxido de alumínio com partículas de 50  $\mu\text{m}$ , por 5 segundos, utilizando o aparelho Microechter II (Bio Art Equipamentos Odontológicos Ltda, São Carlos) com pressão de 2 bars, a distância de 10 mm perpendicular à superfície, seguido pela limpeza em ultra-som

com água destilada por 20 minutos. Em seguida, a superfície da cerâmica foi seca com jatos de ar por 30 segundos, e sobre a superfície da cerâmica jateada foi aplicado o agente de silanização Monobond-S (Ivoclar - Vivadent) durante 1 minuto. Em seguida, foram aplicadas duas camadas do agente de união Heliobond (Ivoclar- Vivadent), seguido de leve jato de ar por 5 segundos.

Posteriormente, o cimento resinoso Variolink II (Ivoclar - Vivadent) foi manipulado de acordo com as instruções do fabricante e aplicado sobre a superfície da cerâmica. Após a aplicação do cimento resinoso, os conjuntos foram unidos aos pares com auxílio de um posicionador de resina acrílica medindo 55 mm de altura e 45 mm de diâmetro externo, contendo no centro uma perfuração de 20 mm de diâmetro, onde os cilindros foram inseridos (Figura 7). Os pares constituindo o corpo-de-prova eram formados por um cilindro em resina acrílica com perfuração e, por outro, com entalhe.

Uma vez colocados no interior do posicionador, o conjunto foi submetido à compressão de 500 gramas força mantida durante 1 minuto com auxílio de uma prensa manual. Os excessos foram removidos com pincel, o cimento resinoso foi fotoativado por 40 segundos com o aparelho fotopolimerizador XL 1500 (3M) com intensidade de  $600 \text{ mW/cm}^2$  em cada uma das quatro janelas laterais eqüidistantes existentes no posicionador de resina acrílica, totalizando 160 segundos de exposição à luz visível.

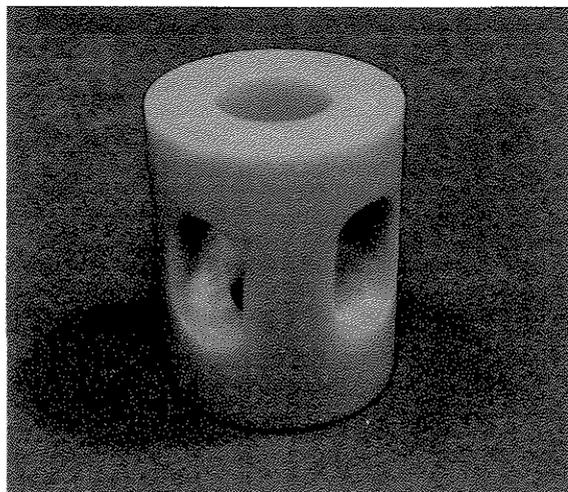


Figura 7 – Posicionador de resina acrílica.

**Grupo 2-** A superfície de trinta discos foi jateada com óxido de alumínio de 100  $\mu\text{m}$ , durante 5 segundos, utilizando um aparelho Microechter II (Bio Art Equipamentos Odontológicos Ltda, São Carlos - Brasil) com pressão de 2 bars a distância de 10 mm seguido pela limpeza em ultra-som com água por 20 minutos. Em seguida, a superfície da cerâmica foi seca com jato de ar durante 30 segundos. O procedimento de fixação empregado foi realizado como descrito para o grupo 1.

**Grupos 3-** A superfície de trinta discos foi condicionada com o ácido fluorídrico a 10% por 20 segundos, sendo então lavadas em água corrente pelo tempo de 1 minuto, seguido de limpeza em ultra-som com água por 20 minutos. Em seguida, a superfície da cerâmica foi seca com jato de ar durante 30 segundos. O procedimento de fixação empregado foi realizado como descrito para o grupo 1.

Após o procedimento de fixação, os corpos-de-prova dos grupos 1, 2 e 3 foram armazenados em água destilada numa estufa (Fabem Ltda) a 37°C por 24 horas.

**Grupos 4 a 6-** O procedimento para fixação dos discos de cerâmica do grupo 4 foi semelhante ao grupo 1. O grupo 5 semelhante ao grupo 2 e o grupo 6 semelhante ao grupo 8. Imediatamente após fotoativação, os corpos-de-prova dos grupos 4 a 6 foram armazenados em água destilada a 37°C por um período de 1 ano, em estufa (Fabem Ltda). A água destilada foi trocada semanalmente até o ensaio de tração.

#### **4.2.4. Ensaio de resistência à tração**

Decorridos os prazos de armazenagem, os corpos-de-prova (Figura 8) foram submetidos ao ensaio de resistência à tração utilizando uma máquina de ensaio universal Instron (Modelo 4411) com velocidade de 1,0 mm/minuto até que ocorresse a falha. Para realização do ensaio, uma garra metálica possuindo um rolamento axial foi fixada ao corpo-de-prova através do entalhe confeccionado na extremidade do cilindro de resina acrílica. A fixação da região inferior do corpo-de-prova foi realizada através de uma haste metálica, a qual foi atravessada no orifício confeccionado transversalmente na extremidade do outro cilindro de resina acrílica (Figura 9). Os valores de resistência à fratura foram registrados em kgf. Em seguida, foi calculado o valor de resistência à tração em  $\text{kgf/cm}^2$ , através da seguinte fórmula:

$$R = \frac{F}{A}$$

R= resistência à tração

F= carga necessária para fratura

A= área de união

Posteriormente, os valores de resistência à tração em kgf/cm<sup>2</sup> foram transformados em MPa.

Total de 15 corpos-de-prova foram confeccionados para cada grupo e tempo de armazenagem, perfazendo um total de 90 corpos-de-prova.

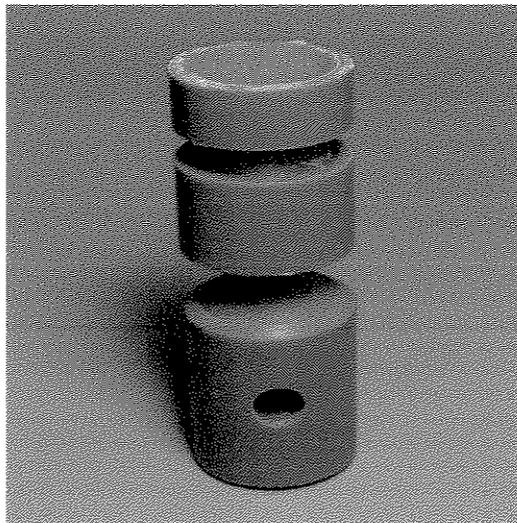


Figura 8 – Corpo-de-prova após procedimento de fixação.

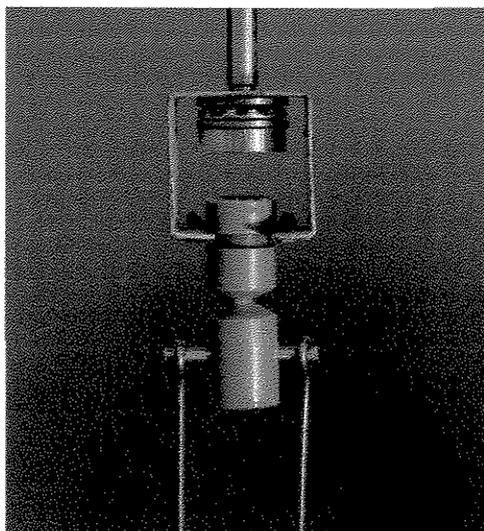


Figura 9 – Corpo-de-prova posicionado na máquina para o ensaio de tração.

#### **4.2.5. Análise Microscópica**

##### **4.2.5.1. Análise por microscopia óptica da superfície fraturada**

Após os ensaios de resistências à tração, a superfície foi examinada em lupa estereoscópica (Carl Zeiss) com aumento de 20 vezes para verificar o padrão de falha na interface cerâmica/material de fixação, sendo classificada da seguinte forma: adesiva, quando havia rompimento da união na interface cerâmica/material de fixação; coesiva, quando havia rompimento no material de fixação, ficando os mesmos unidos às duas superfícies de cerâmica que compõem o corpo-de-prova; e, mista, quando ocorresse fraturas adesiva e coesiva no material de fixação.

#### **4.2.5.2. Análise por microscopia eletrônica de varredura da superfície fraturada**

Foram confeccionados três discos adicionais da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2. Cada um dos discos teve a superfície tratada, respectivamente, com condicionamento com ácido fluorídrico, jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e óxido de alumínio 100  $\mu\text{m}$ . A seguir, os discos em cerâmica foram revestidos com liga de ouro-paládio, sob alto vácuo (Balzers-SCD 050, Alemanha) para observação em Microscópio Eletrônico de Varredura (LEO 435 VP, Inglaterra) em aumento de 2.000 e 10.000 vezes.

## 5. RESULTADOS

### 5.1. Ensaio de resistência à tração

Os valores originais obtidos nos ensaios de resistência da união à tração (MPa) da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 submetidas a diferentes tratamentos de superfície, material de fixação e tempo de armazenagem estão apresentados no apêndice (Quadros 2 a 7).

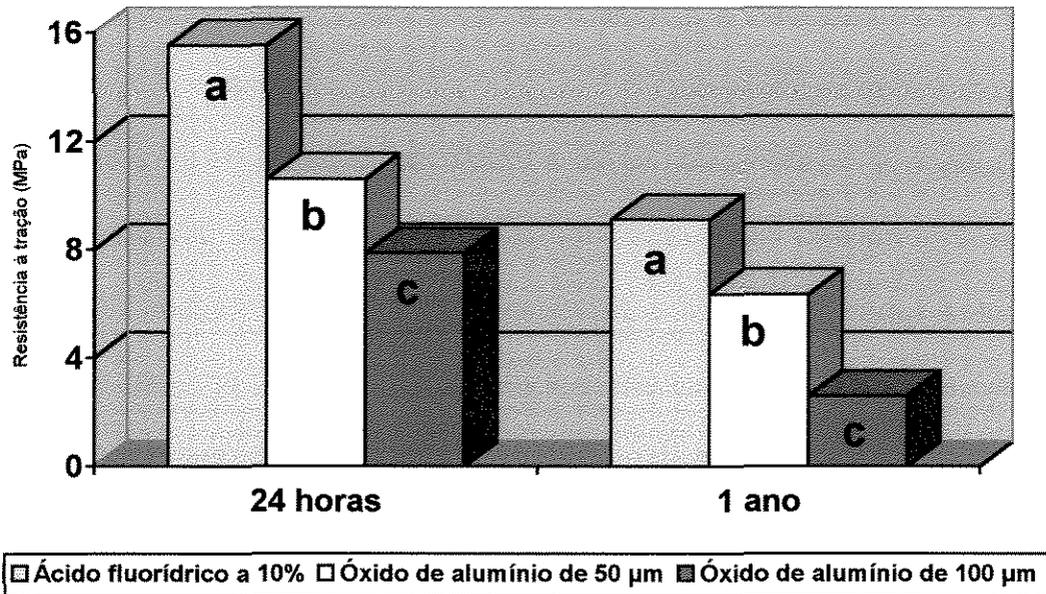
Para efeito de análise estatística, os seguintes fatores foram considerados: tratamento superficial e tempo de armazenagem. Os valores médios de resistência da união foram submetidos à Análise de Variância e posteriormente ao teste de Tukey com 5% de significância.

Quando a resistência da união à tração da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 / material de fixação foi comparada entre os diferentes tipos de tratamentos superficiais, dentro de cada tempo de armazenagem, os resultados (Tabela 3 e Figura 10) mostraram que para os tempos de armazenagens de 24 horas e 1 ano, o ácido fluorídrico a 10% proporcionou valores estatisticamente superiores ao jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$  ( $p < 0,05$ ). Já, a superfície jateada com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  foi estatisticamente superior à superfície jateada com óxido de alumínio 100  $\mu\text{m}$  ( $p < 0,05$ ).

Tabela 3 – Comparação dos valores médios de resistência da união (MPa) à tração da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 / material de fixação entre os diferentes tratamentos de superfície para cada tempo de armazenagem.

TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO (MPa)	
	24 horas	1 ano
Ácido fluorídrico 10 %	15,54 (4,53) a	9,10 (3,17) a
Óxido de alumínio de 50 µm	10,60 (3,32) b	6,34 (1,06) b
Óxido de alumínio de 100 µm	7,87 (2,26) c	2,60 (0,41) c

Médias seguidas por letras distintas na coluna diferem entre si, em nível de 5 % pelo teste de Tukey. Os valores do desvio padrão estão apresentados entre parênteses.



Barras seguidas por letras distintas para cada tempo de armazenagem diferem entre si, em nível de 5% pelo teste de Tukey.

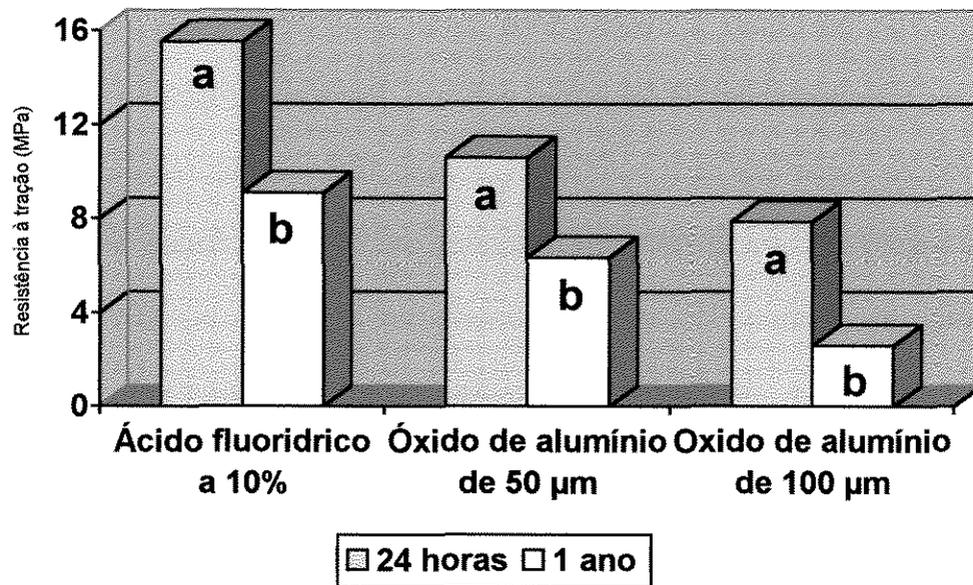
Figura 10 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à tração (MPa) da união cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 / material de fixação dos diferentes tratamentos de superfície para cada tempo de armazenagem.

Na tabela 4 e Figura 11 observa-se a comparação entre os valores médios de resistência da união à tração para cada tratamento de superfície entre os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano. Para as cerâmicas submetidas ao tratamento de superfície com o ácido fluorídrico 10%, os valores de resistência da união à tração no tempo de armazenagem de 24 horas foram estatisticamente superiores ao tempo de armazenagem de 1 ano  $p(<0,05)$ . Resultados proporcionais foram observados para as superfícies jateadas com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$ .

Tabela 4 – Comparação dos valores médios de resistência da união à tração (MPa) da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 / material de fixação, entre os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano, para cada tratamento de superfície.

TEMPO DE ARMAZENAGEM	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO (MPa)		
	Ácido fluorídrico 10%	Óxido de alumínio 50 $\mu\text{m}$	Óxido de alumínio 100 $\mu\text{m}$
24 horas	15,54 (4,53) a	10,60 (3,32) a	7,87 (2,26) a
1 ano	9,10 (3,17) b	6,34 (1,06) b	2,60 (0,41) b

Médias seguidas por letras distintas na coluna diferem entre si, em nível de 5 % pelo teste de Tukey. Os valores do desvio padrão estão apresentados entre parênteses.



Barras seguidas por letras distintas para cada tempo de armazenagem diferem entre si, em nível de 5% pelo teste de Tukey.

Figura 11 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência da união à tração (MPa) da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 / material de fixação, entre os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano, para cada tratamento de superfície.

## 5.2. Análise Microscópica

### Microscopia óptica e eletrônica de varredura

Os resultados referentes à avaliação dos padrões de falha observados em microscopia óptica ocorridos nos corpos-de-prova após o ensaio de tração estão dispostos na Tabela 5. As Figuras 12 a 14 mostram o aspecto morfológico da cerâmica tratada, vista com aumento de 2.000 vezes e, a figura 15, com aumento de 10.000 vezes.

Nos grupos 3 e 6 houve predominância de falha do tipo mista na interface cerâmica/cimento caracterizada por falha adesiva e coesiva no material de fixação. Já para os demais grupos, a falha predominante foi adesiva.

Tabela 5 – Padrão de falha ocorrido nos 90 corpos-de-prova em cada grupo experimental.

TIPOS DE FALHA	ADESIVA	MISTA	COESIVA
GRUPOS			
1	8	7	-
2	9	6	-
3	1	12	2
4	12	3	-
5	11	4	-
6	3	11	1

As figuras 12 e 13 mostram o aspecto morfológico da superfície da cerâmica IPS Empress 2 após jateamento com óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$  respectivamente com aumento de 2000 vezes. Já, as figuras 14 e 15 evidenciam o aspecto morfológico da superfície da cerâmica IPS Empress 2 após o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% com aumento de 2000 e 10000 vezes.

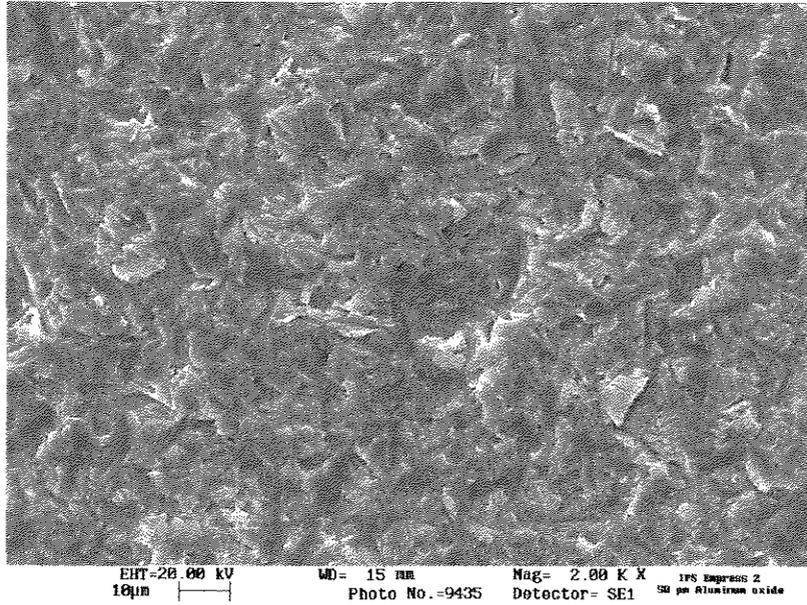


Figura 12 – Aspecto morfológico da superfície da cerâmica após jateamento com óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  por 5 segundos com pressão de 2 bars (X2000).

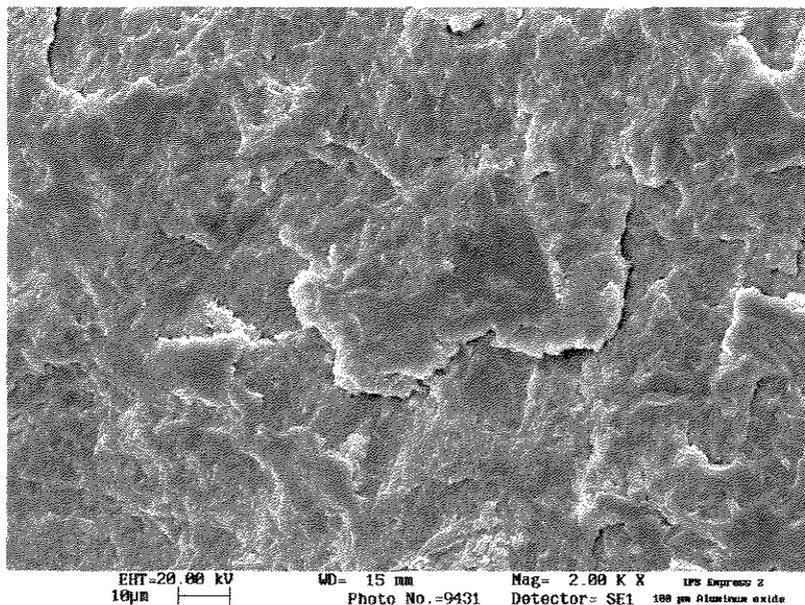


Figura 13 – Aspecto morfológico da superfície da cerâmica após jateamento com óxido de alumínio de 100  $\mu\text{m}$  por 5 segundos com pressão de 2 bars (X2000).

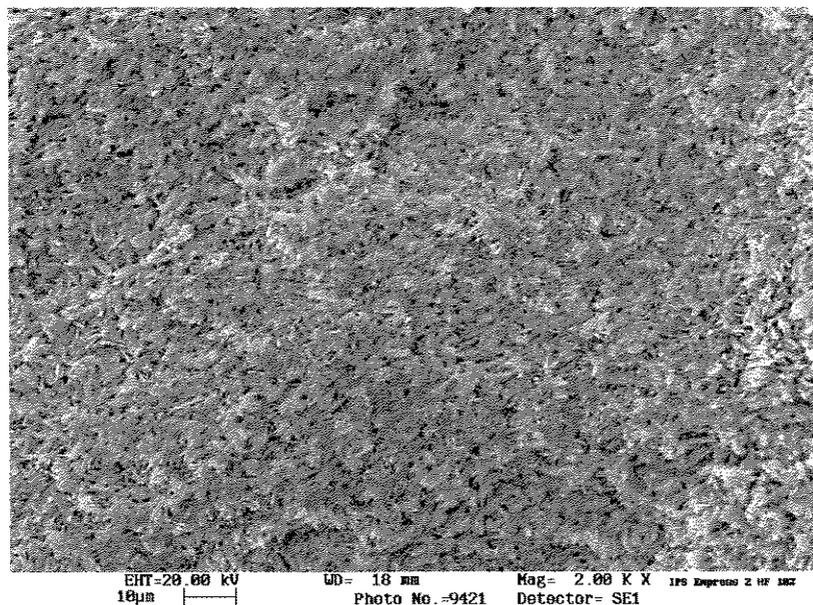


Figura 14 – Aspecto morfológico da superfície da cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos (X2000).

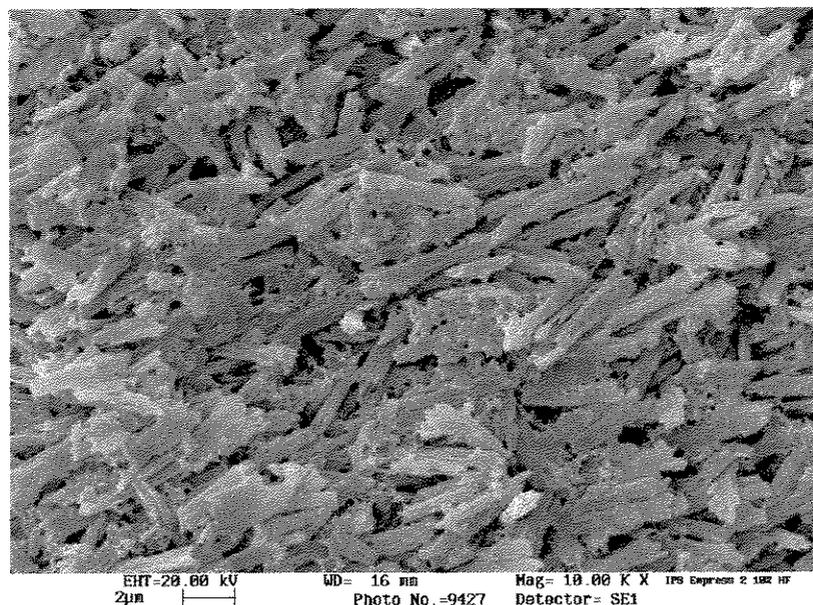


Figura 15 – Aspecto morfológico da superfície da cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos (X10000).

## 6. DISCUSSÃO

As restaurações indiretas confeccionadas com próteses de cerâmicas *metal free* aumentaram nos últimos anos na busca constante pela estética. Neste estudo, a resistência da união cerâmica IPS Empress 2/ cimento resinoso Variolink II foi avaliada, submetendo as superfícies aos diferentes tratamentos assim como o efeito do tempo de armazenagem.

Alterações físicas na superfície da cerâmica deveriam ser realizadas para proporcionar melhor união desta com o agente de fixação. Nesse estudo empregaram-se três tratamentos de superfície: condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e jateamento de óxido de alumínio de 100  $\mu\text{m}$ .

De acordo com a Tabela 3 e Figura 10, o condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, sobre a superfície da cerâmica de infra - estrutura ISP Empress 2, proporcionou a maior média de resistência de união, com diferença estatística em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$  ( $p < 0,05$ ), para os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano. De maneira similar, o emprego do ácido fluorídrico também tem sido relatado como um meio de condicionamento eficiente para a cerâmica feldspática (CHEN *et al.*, 1998; LU *et al.*, 1992; ROULET *et al.*, 1995; SHAHVERDI *et al.*, 1998).

O condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 20 segundos, além de limpar a superfície da cerâmica, alterou de forma significativa a morfologia superficial removendo a matriz vítrea e expondo os cristais de di-silicato de lítio,

formando uma superfície irregular (LUO, *et al.*, 2001), de acordo com as Figuras 14 e 15.

Segundo HÖLAND *et al.* (2000), a cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 possui cristais de di-silicato de lítio com formato alongado de 0,5 a 4  $\mu\text{m}$  de comprimento que correspondem à principal fase cristalina. A segunda fase cristalina corresponde aos cristais de ortofosfato de lítio os quais são removidos através do condicionamento ácido. Tal fase caracteriza-se por cristais com aproximadamente 0,1 a 0,3  $\mu\text{m}$  de diâmetro, localizada na matriz vítrea e na superfície dos cristais de di-silicato de lítio. Durante o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% ocorre a exposição da fase cristalina proporcionando maior área de superfície e topografia mais retentiva com formação de irregularidades pela remoção da matriz vítrea o que favorece maior penetração e retenção do material de fixação em relação ao jateamento com óxido de alumínio,. Do mesmo modo, SIMONSEN & CALAMIA (1983) observaram alteração morfológica da cerâmica feldspática condicionada com ácido fluorídrico, com aumento da área de superfície em função da formação de irregularidades, determinando aumento da capacidade de união da resina fluida à cerâmica. Assim, devido à superfície mais retentiva, as falhas foram predominantemente mistas tanto para os períodos de armazenagem de 24 horas como 1 ano.

Os menores valores de resistência da união foram obtidos quando o material de fixação foi aplicado sobre a cerâmica jateada com óxido de alumínio 100  $\mu\text{m}$ , por 5 segundos com pressão de 2 bars (Tabela 3 e Figura 10). A explicação para menor união encontra-se na imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (Figura 13) que mostra a topografia com padrão de

irregularidades que não propicia superfície retentiva como a obtida com o condicionamento ácido (SHAHVERDI *et al.*, 1998; SPOHR *et al.*, 2002). Devido a isto, as falhas observadas neste grupo foram predominantemente adesivas. Por outro lado, quando realizado o jateamento com óxido de alumínio 50 µm, por 5 segundos com pressão de 2 bars, observa-se aumento na irregularidade da superfície da cerâmica (Figura 12); aumentando, assim, a resistência da união cerâmica/ cimento em relação ao jateamento com óxido de alumínio de 100 µm.

Após os tratamentos de superfície foi aplicado sobre a cerâmica o silano, seguido do cimento resinoso Variolink II, pois o mesmo mostrou eficiência comprovada na união entre a cerâmica e os sistemas resinosos (CALAMIA & SIMONSEN, 1984; LU *et al.*, 1992; STOKES & HOOD, 1989).

O silano é um monômero no qual o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e a grupamentos monovalentes hidrolisáveis. Os radicais orgânicos reativos ligam-se quimicamente com as moléculas de resina, como o Bis-GMA e TEGDMA encontrado tanto no adesivo (Heliobond) como no cimento resinoso Variolink II. Os grupos monovalentes hidrolisáveis unem-se quimicamente com o silício contido tanto na matriz vítrea como na fase cristalina de di-silicato de lítio da cerâmica IPS Empress 2 (LU *et al.*, 1992; SPOHR *et al.*, 2002). O outro fator importante é a capacidade do silano em promover melhor umedecimento da superfície (ROSEN, 1978) proporcionando maior contato e conseqüentemente infiltração dos agentes cimentantes nas irregularidades causadas na superfície da cerâmica através do condicionamento com ácido fluorídrico ou jateamento com óxido de alumínio (SODERHOM & REETZ, 1996).

A durabilidade da união formada entre a cerâmica e o cimento resinoso com o emprego do silano, retenção química (KAMADA, *et al.*, 1998), pode reduzir quando armazenado em água ou termociclado. No presente estudo (Tabela 4 e Figura 11), observa-se que houve redução na resistência a união quando as amostras foram armazenadas em água destilada por 1 ano em relação aos ensaios realizados por 24 horas, para os três tratamentos de superfície.

DIAZ-ARNOLD & AQUILINO (1989) e KATO *et al.* (1996) demonstraram que, dependendo do tipo de silano empregado, a termociclagem pode ou não ter efeito significativo na redução da resistência de união entre a cerâmica e a resina composta. Segundo LU *et al.* (1992) esta diferença pode estar no maior grau de hidrólise, assim como na maior capacidade de determinados silanos umedecerem a superfície da cerâmica, proporcionando maiores valores de resistência de união. Isto poderia amenizar os efeitos deletérios provenientes da armazenagem (BERRY, *et al.*, 1999).

De acordo com STOKES *et al.* (1988) a possível explicação para a diferença de comportamento entre os produtos é o grau de permeabilidade da camada de silano, o que possibilitaria maior ou menor hidrólise da união entre o silício e o oxigênio da interface da cerâmica durante o período de armazenagem. Neste estudo, a efetividade do silano Monobond-S mostrou-se parcial em função da redução da resistência da união após 1 ano de armazenagem e da predominância de falhas adesivas principalmente na superfície da cerâmica jateadas com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$ . Já, SPOHR *et al.* (2002) observaram que o silano Scotchbond Ceramic Primer usado juntamente com o

adesivo Single Bond e cimento resinoso Rely X mostrou-se efetivo mesmo empregando termociclagem com 500 ciclos térmicos em temperaturas de 5° e 55° C, visto que a predominância do padrão de falha foi misto.

Por outro lado, com relação ao tempo de armazenagem, KERN & THOMPSON (1995) mostraram que as amostras de cerâmicas fixadas com cimentos resinosos e aplicação do silano, não apresentaram alteração na resistência de união após 30 dias, entretanto, houve diminuição significativa na resistência de união após 150 dias armazenagem. SHAHVERDI *et al.* (1998) mostraram que o período de armazenagem e a termociclagem diminuíram a resistência de união entre as superfícies da cerâmica submetidas a diferentes tratamentos de superfície (ácido fluorídrico, desgaste com pontas diamantadas e jateamento com óxido de alumínio) com a resina composta. Já, ROULET *et al.* (1995) analisando tratamento de superfície (ácido fluorídrico, jateamento com óxido de alumínio e desgaste com pontas diamantadas) de três cerâmicas unidas com cimento resinoso dual e aplicação do silano após armazenagem por 24 horas e 1 ano, verificaram redução de 50 a 75% na resistência de união após 1 ano de armazenagem para as cerâmicas que foram jateadas com óxido de alumínio e desgastadas com pontas diamantadas. KERN *et al.* (1994) analisando a influência do tempo de armazenagem 1 semana, 150 dias e ciclagem térmica na resistência à fratura com a cerâmica In Ceram observaram redução significativa na resistência de união após 150 dias em relação a 1 semana.

Assim, neste estudo ficou evidente que a união entre a cerâmica de infraestrutura IPS Empress 2 com cimento resinoso sobre superfície condicionadas com ácido fluorídrico a 10% proporcionou maior resistência de união,

provavelmente tornando a fixação adesiva o procedimento de eleição. Entretanto, após período de armazenagem por 1 ano ocorreu redução significativa nos valores de resistência da união para as cerâmicas submetidas aos três tipos de tratamentos. Isto sugere que para obtenção de uma união estável entre a cerâmica e o dente, um método eficiente deveria ser selecionado para resistir às flutuações térmicas e a água no meio bucal.

## 7. CONCLUSÃO

A análise dos resultados permitiu concluir que:

1. O tratamento superficial da cerâmica com ácido fluorídrico a 10% proporcionou valores de resistência à tração superiores em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  seguido pelo jateamento com óxido de alumínio de 100  $\mu\text{m}$ , para os tempos de armazenagem de 24 horas e 1 ano;

2. A armazenagem de discos de cerâmica IPS Empress 2 fixados com cimento Variolink II por 1 ano em água destilada proporcionou diminuição significativa na resistência da união para os três tipos de tratamentos de superfície; e,

3. As falhas foram predominantemente mistas quando realizado condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, para os dois tempos de armazenagem. Para jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$ , as falhas foram predominantemente adesivas para armazenagem em 24 horas e para 1 ano.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

APPELDOORN, R.E.; WILWERDING, T.M.; BARKMEIER, W.W. Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.70, n.1, p.6-11, July 1993.

AWLIYA, W. *et al.* High energy abrasion and resin cement bond to alumina core. **J Dent Res**, Washington, v.75, p.378, 1996. Abstract, 2884.

AWLIYA, W. *et al.* Shear bond strength of a resin cement to densely sintered high-purity alumina with various surface conditions. **Acta Odontol Scand**, Oslo, v.56, n.1, p.9-13, Feb. 1998.

BERRY, T.; BARGHI, N.; CHUNG, K. Effect of water storage on the silanization in porcelain repair strength. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.26, n.6, p.459-463, June 1999.

BOWEN, R.L. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.66, n.1, p.57-64, Jan. 1963.

BRAGA, R.R.; BALLESTER, R.Y.; DARONCH, M. Influence of time and adhesive system on the extrusion shear strength between feldspathic porcelain and bovine dentin. **Dent Mat**, Oxford, v.16, n.4, p.303-310, July 2000.

BRECKER, S.C. Porcelain baked to gold – a new medium in prosthodontics. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.6, n.6, p.801-810, Nov. 1956.

BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res**, Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.

BUONOCORE, M.G.; WILEMAN, W.; BRUDEVOLD, F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. **J Dent Res**, Washington, v.35, n.6, p.846-851, Dec. 1956.

---

\* Baseada na NBR-6023 de ago. de 2000, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Abreviatura dos títulos dos periódicos em conformidade com o MEDLINE.

CALAMIA, J.R.; SIMONSEN, R.J. Effect of coupling agents on bond strength of etched porcelain. **J Dent Res**, Washington, v.63, p.179, 1984. Abstract, 79.

CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J Dent**, Oxford, v.28, n.1, p.53-58, Jan. 1998.

DIAZ-ARNOLD, A.M.; AQUILINO, S.A. An evaluation of the bond strength of four organosilane materials in response to thermal stress. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.62, n.3, p.257-260, Sept. 1989.

DONG, J.K. *et al.* Heat-pressed ceramics technology and strength. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.5, n.1, p.9-16, Jan./Feb. 1992.

DRUMMOND, J.L.; NOVICKAS, D.; LENKE, J.W. Physiological aging of an all ceramic restorative material. **Dent Mater**, Oxford, v.7, n.2, p.133-137, Apr. 1991.

DRUMMOND, J.L. *et al.* Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. **Dent Mater**, Oxford, v.16, n.3, p.226-233, May 2000.

HÖLLAND, W. *et al.* A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. **J Biomed Mater Res**, New York, v.53, n.4, p.297-303, 2000.

HONDRUM, S.O. A review of the strength properties of dental ceramics. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.67, n.6, p.859-864, June 1992.

HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dent Mater**, Oxford, v.18, n.2, p.179-188, Mar. 2002.

HORNBROOK, D.S.; CULP, L. Características clínicas de un nuevo sistema cerámico. **Signature Int**, New Jersey, v.4, n.1, p.11-17, 1999.

KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.79, n.5, p.508-513, May 1998.

KATO, H. *et al.* Bond strength and durability of porcelain bonding systems. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.75, n.2, p.163-168, Feb. 1996.

KERN, M.; FECHTIG, T.; STRUB, J.R. Influence of water storage and thermal cycling on the fracture strength of all-porcelain, resin bonded fixed partial dentures. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.71, n.3, p.251-256, Mar. 1994

KERN, M.; THOMPSON, V.P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.73, n.3, p.240-249, Mar. 1995.

KITASAKO, Y. *et al.* The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. **Dent Mater**, Oxford, v.16, n.1, p.1-6, Jan. 2000.

KRÄMER, N. *et al.* IPS Empress inlays and onlays after four years – a clinical study. **J Dent**, Oxford, v.27, n.5, p.325-331, July 1999.

KUPIEC, K.A. *et al.* Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.76, n.2, p.119-124, Aug. 1996.

LACY, A.M. *et al.* Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.60, n.3, p.288-291, Sept. 1988.

LEEVAILOJ, C. *et al.* *In vitro* study of fracture incidence and compressive fracture load of all-ceramic crowns cemented with resin-modified glass ionomer and other luting agents. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.80, n.6, p.699-707, Dec. 1998.

LU, R. *et al.* An investigation of the composite resin/porcelain interface. **Aust Dent J**, St Leonards, v.37, n.1, p.12-19, Feb. 1992.

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

Mc LEAN, J.W. The science and art of dental ceramics. **Oper Dent**, Seattle, v.16, n.4, p.149-156, July/Aug. 1991.

Mc LEAN, J.W.; HUGHES, T.H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **Br Dent J**, London, v.119, n.6, p.251-267, Sept. 1965.

MORENA, R. *et al.* Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. **J Dent Res**, Oxford, v.65, n.7, p.993-997, July 1986.

MYERSON, R.L. Effects of silane bonding of acrylic resins to porcelain on porcelain structure. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.78, n.1, p.113-119, Jan. 1969.

NEUBURG, R.; PAMEIJER, C.H. Composite resins bonded to porcelain with silane solution. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.96, n.2, p.288-291, Feb. 1978.

ÖRTENGREN, U. *et al.* Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.28, n.12, p.1106-1115, Dec. 2001.

ÖZDEN, A.N.; AKALTAN, F.; CAN, G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.72, n.1, p.85-88, July 1994.

PAFFENBARGER, G.C.; SWEENEY, W.T.; BOWEN, R.L. Bonding porcelain teeth to acrylic resins denture bases. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.74, n.5, p.1018-1023, Apr. 1967.

ROSEN, M.R. From treating solution to filler surface and beyond. **JCT**, Philadelphia, v.50, n.644, p.70-82, Sept. 1978.

ROSENSTIEL, S.F. *et al.* Strength of a dental glass-ceramic after surface coating. **Dent Mater**, Oxford, v.9, n.4, p.274-279, July 1993.

ROULET, J.F.; SÖDERHOLM, K.J.M.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic / composite bond strength. **J Dent Res**, Washington, v.74, n.1, p.381-387, Jan. 1995.

SEN, D. *et al.* Shear bond strength of resin luting cement to glass-infiltrated porous aluminum oxide cores. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.83, n.2, p.210-215, Feb. 2000.

SEVERANCE, G. Presentación de una nueva cerámica vítrea de disilicato de litio: Empress 2. **Signature Int**, New Jersey, v.4, n.1, p.1-3, 1999.

SIMONSEN, R.J.; CALAMIA, J.R. Tensile bond strength of etched porcelain. **J Dent Res**, Washington, v.62, p.297, 1983. Abstract, 1154.

SINDEL, J. *et al.* Crack formation of all-ceramic crowns dependent on different core build-up and luting materials. **J Dent Oxford**, v.27, n.3, p.175-181, Mar. 1999.

SHAHVERDI, S. *et al.* Effects of different surface treatment methods on the bond strength of composite resin to porcelain. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.25, n.9, p.699-705, Sept. 1998.

SÖDERHOLM, K.M.; REETZ, E.A. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. **Gen Dent**, Chicago, v.44, n.4, p.296-302, July/Aug. 1996.

SORENSEN, J.A.; CRUZ, M.; MITO, W.T. Resultados de la investigación de un sistema restaurador de disilicato de litio: IPS Empress 2. **Signature Int**, New Jersey, v.4, n.1, p.4-10, 1999.

SPOHR, A.M. *et al.* Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. **Int J Prosthodont**, Lombard, 2003. No prelo.

STOKES, A.N.; HOOD, J.A.A. Thermocycling, silane priming and resin/porcelain interfaces – an electrical leakage study. **Dent Mater**, Oxford, v.5, n.6, p.369-370, Nov. 1989.

STOKES, A.N.; HOOD, J.A.A.; TIDMARSH, B.G. Effect of 6-month water storage on silane-treated resin/porcelain bonds. **J Dent**, Oxford, v.16, n.6, p.294-296, Dec. 1988.

TRURMOND, J.W.; BARKMEIER, W.W.; WILWERDING, T.M. Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.72, n.4, p.355-359, Oct. 1994.

## APÊNDICE

### RESULTADOS ORIGINAIS

Quadro 2 – Valores individuais de resistência à tração e tipo de falha (24 horas) ocorrido nos corpos-de-prova com jateamento com óxido de alumínio de 50 $\mu$ m.

Corpo-de-prova	Resistência à tração (MPa)	Tipo de falha
1	15,70	Mista
2	10,90	Mista
3	7,90	Adesiva
4	10,80	Adesiva
5	13,50	Mista
6	16,10	Mista
7	11,40	Mista
8	8,60	Adesiva
9	16,20	Mista
10	8,90	Adesiva
11	7,20	Adesiva
12	8,90	Adesiva
13	7,40	Adesiva
14	12,35	Mista
15	6,52	Adesiva

Quadro 3 – Valores individuais de resistência à tração e tipo de falha (24 horas) ocorrido nos corpos-de-prova com jateamento com óxido de alumínio de 100 $\mu$ m.

Corpo-de-prova	Resistência à tração (MPa)	Tipo de falha
1	4,40	Adesiva
2	7,20	Adesiva
3	5,30	Adesiva
4	7,90	Mista
5	9,20	Mista
6	8,90	Mista
7	10,90	Mista
8	7,82	Adesiva
9	7,40	Adesiva
10	10,80	Mista
11	8,60	Adesiva
12	12,15	Mista
13	8,15	Adesiva
14	7,30	Adesiva
15	4,30	Adesiva

Quadro 4 – Valores individuais de resistência à tração e tipo de falha (24 horas) ocorrido nos corpos-de-prova condicionados com ácido fluorídrico a 10%.

Corpo-de-prova	Resistência à tração (MPa)	Tipo de falha
1	21,50	Coesiva
2	11,50	Mista
3	11,40	Mista
4	20,70	Coesiva
5	11,70	Mista
6	20,40	Mista
7	14,00	Mista
8	15,21	Mista
9	23,78	Mista
10	19,92	Mista
11	8,00	Adesiva
12	15,20	Mista
13	16,95	Mista
14	13,40	Mista
15	14,20	Mista

Quadro 5 – Valores individuais de resistência à tração e tipo de falha (1 ano) ocorrido nos corpos-de-prova com jateamento com óxido de alumínio de 50 $\mu$ m.

Corpo-de-prova	Resistência à tração (MPa)	Tipo de falha
1	6,31	Adesiva
2	3,10	Adesiva
3	12,91	Mista
4	8,38	Adesiva
5	8,32	Adesiva
6	3,30	Adesiva
7	5,75	Adesiva
8	5,61	Adesiva
9	6,17	Adesiva
10	7,10	Adesiva
11	9,16	Mista
12	11,71	Mista
13	5,45	Adesiva
14	1,65	Adesiva
15	5,37	Adesiva

Quadro 6 – Valores individuais de resistência à tração e tipo de falha (1 ano) ocorrido nos corpos-de-prova com jateamento com óxido de alumínio de 100µm.

Corpo-de-prova	Resistência à tração (MPa)	Tipo de falha
1	0	Adesiva
2	2,65	Adesiva
3	0	Adesiva
4	3,32	Adesiva
5	6,48	Mista
6	3,88	Adesiva
7	2,67	Adesiva
8	2,98	Adesiva
9	5,72	Mista
10	0	Adesiva
11	3,34	Adesiva
12	3,27	Adesiva
13	6,65	Mista
14	4,10	Adesiva
15	4,95	Mista

Quadro 7 – Valores individuais de resistência à tração e tipo de falha (1 ano) ocorrido nos corpos-de-prova condicionados com ácido fluorídrico a 10%.

Corpo-de-prova	Resistência à tração (MPa)	Tipo de falha
1	10,22	Mista
2	7,60	Mista
3	6,10	Mista
4	8,81	Mista
5	11,14	Mista
6	9,50	Mista
7	7,10	Mista
8	16,74	Coesiva
9	11,64	Mista
10	11,41	Mista
11	6,36	Adesiva
12	12,18	Mista
13	10,96	Mista
14	4,69	Adesiva
15	5,74	Adesiva

## ANÁLISE ESTATÍSTICA

Tabela 6 – Análise de Variância.

Causas da Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Tempo	1	608,3635784	608,3635784	89,1798	0,00001
Tratamento	2	746,9802996	373,4901498	54,7498	0,00001
Tem*Tra	2	3,9416299	11,9708149	1,7548	0,17755
Resíduo	81	552,5626788	6,8217615		
Total	86	1931,8481867			

Média geral= 9,322299

Coeficiente de variação= 28,017%

Tabela 7 - Teste de Tukey para médias de tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	1	24Horas	44	11,830682	11,830682	a	A
2	2	1Ano	44	6,602046	6,602046	b	B

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

D.M.S. 5% = 1,11446 - D.M.S. 1% = 1,47651

Tabela 8 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro de ácido fluorídrico do fator tratamento.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	1	24Horas	15	15,857332	5,857332	a	A
2	2	1Ano	15	9,346000	9,346000	b	B

Tabela 9 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro de jateamento com óxido de alumínio de 50 µm do fator tratamento.

Núm. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	1	24 Horas	15	10,824667	10,824667	a	A
2	2	1 Ano	15	6,686000	6,686000	b	B

Tabela 10 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro jateamento com óxido de alumínio de 100 µm do fator tratamento.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	1	24Horas	15	8,021334	8,021334	a	A
2	2	1Ano	15	3,334000	3,334000	b	B

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

D.M.S. 5% = 1,93031 - D.M.S. 1% = 2,55740

Tabela 11- Teste de Tukey para médias de tratamento.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	3	Ácido fluorídrico	29	13,036206	13,036206	a	A
2	2	Jat. Ox. Al. 50µm	29	9,057242	9,057242	b	B
3	1	Jat. Ox. Al. 100µm	29	5,873449	5,873449	c	C

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

D.M.S. 5% = 1,63884 - D.M.S. 1% = 2,05547

Tabela 12- Teste de Tukey para médias de tratamento dentro de 24 Horas do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	3	Ácido fluorídrico	15	15,857332	15,857332	a	A
2	2	Jat. Ox. Al. 50µm	15	10,824667	10,824667	b	B
3	1	Jat. Ox. Al. 100µm	15	8,021334	8,021334	c	B

Tabela 13- Teste de Tukey para médias de tratamento dentro de 1 ano do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	3	Ácido fluorídrico	15	9,346000	9,346000	a	A
2	2	Jat. Ox. Al. 50µm	15	6,686000	6,686000	b	A
3	1	Jat. Ox. Al. 100µm	15	3,334000	3,334000	c	B

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

D.M.S. 5% = 2,31767 - D.M.S. 1% = 2,90687