

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**

**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

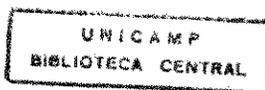
**INFLUÊNCIA DO SILANO NA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO  
DE CIMENTOS RESINOSOS UNIDOS A PORCELANA**

**ECLÉRION CHAVES**

Cirurgião Dentista

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

Piracicaba - SP  
1999



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**

**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

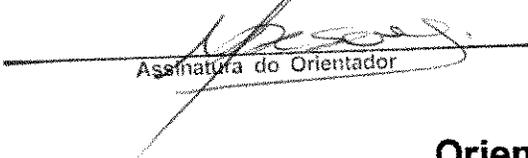
**INFLUÊNCIA DO SILANO NA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO  
DE CIMENTOS RESINOSOS UNIDOS A PORCELANA**

**ECLÉRION CHAVES**

Cirurgião Dentista

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

CPG, 18/08/99

  
Assinatura do Orientador

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

**Orientador: Prof. Dr. Mário Fernando De Goes**

Piracicaba - SP  
1999

UNIDADE	BC
N.º CHAMADA:	
V.	Ex.
TOMBO BC/	38922
PROC.	229199
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	07/10/99
N.º CPD	

CM-00126403-4

#### Ficha Catalográfica

C398i Chaves, Eclérion.  
 Influência do silano na resistência à tração de cimentos resinosos unidos a porcelana. / Eclérion Chaves. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 1999.  
 99p. : il.

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

1. Odontologia. 2. Silano. 3. Cimentos dentários. 4. Resistência dos materiais. 5. Cerâmica odontológica. I. Goes, Mário Fernando de. 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.



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 21 de Junho de 1999, considerou o candidato ECLÉRION CHAVES aprovado.

1. Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

2. Prof. Dr. MAXIMILIANO PIERO NEISSER

3. Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

*Dedicatórias*

## **Dedico este trabalho**

### **A Deus,**

Pela oportunidade bendita deste momento, pela vida, por todas as possibilidades que colocaste em meu caminho...

### **Aos Meus pais Waldemar e Zelma**

Pela mão segura e firme a conduzir meus passos. Pelo apoio das horas difíceis e a compreensão que nem sempre é reconhecida prontamente...

### **A minha esposa Neusa**

Pela compreensão, pelo apoio, pelos conselhos, pelo ombro amigo... Apenas o amor explica a renúncia que te impuseste para galgarmos juntos a vitória...

### **Aos meus filhos Tiago e Camila**

Pela demonstração de maturidade, apesar da pouca idade e por compreenderem que esta conquista não é minha, é da nossa família...

Ao Prof. Doutor **Mario Fernando De Goes**

Mais que as palavras, o exemplo do mestre é o que realmente guardamos em nossos corações... Matéria ensinada com competência, amizade, lealdade e reconhecimento aos nossos esforços; estímulo e vigor na condução dos seus orientados. Pelo seu exemplo e dedicação à cátedra, meus sinceros agradecimentos...

Ao Prof. Doutor **Simonides Consani**

Experiência traduzida em conhecimentos... Sua insistência em que “exercitássemos” nosso pensamento traduz-se na nossa vitória.

Ao Prof. Doutor **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**

Amizade não se mendiga, se conquista... Seu jeito simples e leal conquistou minha amizade e profundo respeito. Obrigado pelo apoio.

Ao Prof. Doutor **Lourenço Correr Sobrinho**

Sempre pronto a auxiliar... Esta característica sua é exemplo para todos que tiveram a oportunidade de conhecê-lo.

Ao Técnico da Área de Materiais Dentários **Marcos Blanco Cangiani**

Descontração e jeito simples de ser... Obrigado pela orientação no laboratório, e pelo auxílio na solução das dificuldades encontradas durante a teste.

A Secretária **Selma Aparecida Barbosa Segalla**

A espontaneidade é algo que marca as pessoas que conhecemos... Sua ajuda nos momentos em que nos perdíamos em meio a tantos papéis e no dia-a-dia do laboratório é o que guardamos com carinho.

Aos colegas de turma **Hugo, Priscilla, Prates, Roberta, Anna e Haglay.**

Algo deixamos quando chegamos, algo levamos quando partimos... A oportunidade de convivência com todos vocês fez de mim uma pessoa melhor. Obrigado.

## SUMÁRIO

## SUMÁRIO

LISTAS .....	2
RESUMO .....	10
ABSTRACT .....	14
INTRODUÇÃO .....	16
REVISÃO DA LITERATURA .....	20
MATERIAIS E MÉTODO .....	48
MATERIAIS .....	48
MÉTODO .....	49
RESULTADOS .....	64
DISCUSSÃO DOS RESULTADOS .....	74
CONCLUSÃO .....	80
BIBLIOGRAFIA .....	82
APÊNDICE .....	88

**LISTAS**

## LISTAS

### LISTA DE TABELAS

TABELA I: Descrição dos sistemas adesivos e agentes de silanização utilizados. ....	48
TABELA II: Listagem dos cimentos a base de resina utilizadas.....	49
TABELA III: Descrição dos grupos experimentais utilizados no estudo. ....	58
TABELA IV: Análise de variância.....	64
TABELA V: Valores médios de resistência a tração dos cimentos resinosos associados ou não à aplicação do silano (MPa).....	65
TABELA VI: Valores médios de resistência a tração com e sem a aplicação do silano (MPa), independente do material usado.....	65
TABELA VII: Leitura dos valores de resistência para o cimento <i>Enforce</i> sem silano.....	88
TABELA VIII: Leitura dos valores de resistência para o cimento <i>Enforce</i> com silano.....	88
TABELA IX: Leitura dos valores de resistência para o cimento <i>Variolink II</i> sem silano. ....	89
TABELA X: Leitura dos valores de resistência para o cimento <i>Variolink II</i> com silano. ....	89
TABELA XI: Leitura dos valores de resistência para o cimento <i>Opal</i> sem silano.....	90
TABELA XII: Leitura dos valores de resistência para o cimento <i>Opal</i> com silano.....	90

**LISTA DE FIGURAS**

FIGURA 1: Molde de aço para confecção das amostras (a); amostra sinterizada (b). .....	50
FIGURA 2: Disco de porcelana posicionado para o embutimento: (a) suporte metálico , (b) cilindro em PVC, (c) disco de porcelana. ....	51
FIGURA 3: Cilindro em PVC (a) posicionado no torno mecânico (b) para os procedimentos de desgaste das bordas do cilindro de PVC (c). ....	53
FIGURA 4: Dispositivo metálico (a) onde foi fixado cilindro plástico (b) contendo a amostra de porcelana embutida em resina acrílica (c) para acabamento da superfície a ser cimentada. Anel metálico maior (d) e anel metálico menor (e) usados para desgastar a amostra de porcelana. ....	53
FIGURA 5: Cilindro plástico contendo a amostra de porcelana posicionado no dispositivo metálico. ....	54
FIGURA 6: Diagrama da matriz para o ensaio de tração axial em corte transversal. ....	55
FIGURA 7: Dispositivo articulado usado para o ensaio de tração axial. ....	55
FIGURA 8: Dispositivo metálico contendo as mostras de porcelana posicionadas fixadas na matriz para o ato de cimentação. ....	56
FIGURA 9: Corpo de prova preparado para o ensaio de tração. ....	59
FIGURA 10: Corpo-de-prova montado na matriz e fixadas na maquina de ensaio universal para o ensaio de tração. ....	60

- FIGURA 12: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Enforce* sem a aplicação do agente de silanização..... 66
- FIGURA 13: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Enforce* com a aplicação do agente de silanização..... 66
- FIGURA 14: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Variolink II* sem a aplicação do agente de silanização..... 67
- FIGURA 15: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Variolink II* com a aplicação do agente de silanização..... 67
- FIGURA 16: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Opal* sem a aplicação do agente de silanização..... 68
- FIGURA 17: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Opal* com a aplicação do agente de silanização..... 68
- FIGURA 18: Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Enforce* (grupo I), sem a aplicação de silano, caracterizando uma

predominância de fratura coesiva no corpo da porcelana. Observar também, fraturas mistas e adesivas no cimento (15 x)..... 69

FIGURA 19: Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Variolink II* (grupo II), sem a aplicação de silano, caracterizando uma fratura adesiva do agente cimentante. (15 x)..... 70

FIGURA 20: Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Variolink II* (grupo II), com a aplicação de silano, caracterizando uma fratura mista do agente cimentante (15 x)..... 71

FIGURA 21: Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Opal* (grupo III), sem a aplicação de silano, apresentando fraturas adesivas e coesivas do agente cimentante. (15 x)..... 72

FIGURA 22: Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Opal* (grupo III), com a aplicação de silano, caracterizando uma fratura adesiva e coesiva do cimento e fraturas no corpo da porcelana . (15 x)..... 72

**LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

- $\text{Al}_2\text{O}_3$	Alumina
- BDMA	Bisfenol A dimetacrilato
- BHT	Hidroxitolueno Butilato
- Bis – GMA	Bisfenol-A Glicidil Metacrilato
- CAD/CAM	Computador programado para desenhar – Computador programado para confeccionar
- Co.	Company
- EDAB	4-etil dimetil aminobenzoato
- et al.	et alli (e outros)
- Fig.	Figura
- $\text{H}_2\text{O}$	Água
- HEMA	Hidroxietilmetacrilato
- HFC	Hidrofluorcarbono
- Hg	Mercúrio
- ISO	Organização internacional para padronização
- $\text{K}_2\text{O}$	Óxido de potássio
- MMA	Metil metacrilato
- MPS	$\gamma$ - Metacriloxipropiltrimetoxisilano
- $\text{Na}_2\text{O}$	Óxido de sódio
- OH	Hidroxila
- Si-OH	Grupamento silanol

- PENTA	Ester fosfonado penta acrilato
- PVC	Polivinil cloreto
- Si	Silício
- SiO <sub>2</sub>	Sílica
- TEGMA	Trietileno glicol dimetacrilato
- TTB	Tri-n-butil borano
- UDMA	Uretanodimetacrilato
- VTC	Viniltricorosilano

#### LISTA DE NOTAÇÕES

- °C	Grau Celsius
- mm/min.	Milímetro por minuto
- µm	Micrometro
- %	Por cento
- mm	Milímetro
- g	Gramma
- kgf	Quilograma força
- kgf/cm <sup>2</sup>	Quilograma força por centímetro quadrado
- n°	Número
- MPa	Megapascal
- kg	Quilograma

- lb/pol      Libra por polegada
- cm            Centímetro

**RESUMO**

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da aplicação do silano na resistência a tração de três cimentos resinosos. Foram confeccionados 168 discos de porcelana (Duceram). Os discos de porcelana foram embutidos, desgastadas com lixas de granulação 220 e 600 e limpos em ultra-som. Os discos cerâmicos foram divididos em 3 grupos contendo 56 amostras. No Grupo I foi usado o Cimento *Enforce*; Grupo II, Cimento *Variolink II*; Grupo III, Cimento *Opal*. Metade das amostras de cada grupo foi tratada com o respectivo agente de silanização de cada cimento resinoso usado de acordo com as instruções de cada fabricante, seguido da aplicação do adesivo e cimento resinoso. A outra metade das amostras não recebeu o tratamento com o silano, apenas a aplicação do adesivo e cimento resinoso. A seguir, os discos cerâmicos, aos pares, foram posicionados em uma matriz com a superfície tratada voltada uma para a outra para o procedimento de fixação com o cimento resinoso. Desta forma, a resina foi fotopolimerizada por 160 segundos e os corpos-de-prova armazenados por 24 horas a 37<sup>o</sup> C e 100% de umidade relativa. A seguir, com o auxílio de uma matriz metálica, corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em uma máquina de ensaio universal INSTRON (modelo 4411) a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey. As médias dos resultados obtidos foram as seguintes: Grupo I, sem silano = 6,30 MPa; com silano = 7,81 MPa; Grupo II, sem silano = 3,76 MPa, com silano = 6,11 MPa; Grupo III, sem silano = 4,46 MPa; com silano = 6,31 MPa. Após o ensaio de resistência a tração, as superfícies das amostras de porcelana foram examinadas em uma lupa estereoscópica Carl Zeiss (Carl Zeiss do Brasil), com 25 aumentos, determinando um predomínio de fraturas coesivas no

corpo da porcelana para as amostras do Grupo I e de fraturas adesivas e coesivas no cimento para os grupos II e III. O padrão de fratura foi documentado através de fotomicrografias realizadas com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (Zeiss DS M 960, Germany). Foi concluído que: (1) Os valores médios de resistência à tração obtidos para os corpos-de-prova tratados com o agente de silanização foram estatisticamente superiores ( $p < 0,05$ ) aos grupos de corpos-de-prova que não receberam o tratamento independente do sistema resinoso. (2) Os valores médios de resistência à tração obtidos para o grupo I (*Enforce*) foram estatisticamente superiores à aqueles obtidos para os grupos II (*Variolink*) e III (*Opal*) que não apresentaram diferença estatística significativa entre si ( $P > 0,05$ ). (3) O padrão de fratura apresentado pelos corpos-de-prova do grupo I (*Enforce*) foi predominantemente coesivo no corpo da porcelana mesmo nos corpos-de-prova que não foram tratados com o silano. Para o material *Variolink II* (Grupo II), a maioria das amostras que não receberam silano, apresentou padrão de fratura adesivo e o padrão misto (adesivo e coesivo no cimento) foi observado nas amostras silanizadas. No grupo III (*Opal*), o padrão de fratura misto foi predominante para as amostras que receberam ou não à aplicação do silano.

Palavras chave:

Odontologia,  
Porcelanas,  
Silanos,  
Cimentos resinosos,  
Ensaio de tração.

***ABSTRACT***

## ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the effects of silane treatment on tensile strength of resin cements bonded to porcelain. One hundred sixty eight samples (Duceram) were prepared and separated in three groups. Group I – *Enforce* resin cement (Dentsply); Group II – *Variolink II* resin cement (Vivadent) and Group III – *Opal* resin cement (3M Co.). The samples were embedded with chemically cured acrylic resin and the surface of porcelain was smoothed by use of a 220 – 600 grit wet silicon carbide papers and shaped to allow the application of resin cements. After, the samples was cleaned by means of a ultrasonic device and porcelain samples for each group were divided into two subgroups for surface treatment, i.e., half of the samples of each group was treated with respective silane agents, and the other half remained untreated. The samples were stored for 24 hours at 37<sup>o</sup> C and 100% of relative humidity. The tensile strength test was conduct on a universal testing machine (INSTRON - 4411), at a cross speed of 1 mm/min. The mean results were as follows: Group I – no silane treatment = 6,30 MPa, with silane treatment = 7,81 MPa; Group II - no silane = 3,76 MPa, with silane = 6,11 MPa; Group III - no silane = 4,46 MPa, with silane = 6,31 MPa. The data was then submitted to ANOVA and Turkey's test. After tensile strength test, the samples surfaces were examined on a glass magnifying (Carl Zeiss), with magnification of 25 times. The fractures pattern was documented through photomicrographs in scanning electronic microscope (Zeiss DS M 960 – Germany). It was concluded: (1) the tensile strength of specimens treated with silane was statistically higher ( $p < 0,05$ ) than the group that did not receive silane. For all resin cements systems; (2) The mean values of resistance for Group I (*Enforce*) were statistically higher from Group II (*Variolink II*) and III (*Opal*) that did not present significant difference to each other ( $p < 0,05$ ) and (3) the fracture pattern presented by the Group I was cohesive fractures in the body of porcelain, while for the Groups II and III were mixed (adhesive and cohesive in the cement) .

## **INTRODUÇÃO**

## INTRODUÇÃO

No procedimento de união entre a superfície da restauração em porcelana e a estrutura dental (esmalte ou dentina), a preparação da superfície da porcelana e do dente deve ser um aspecto importante a ser considerado para alcançar o sucesso clínico.

Após a introdução do condicionamento ácido do esmalte por (BUONOCORE<sup>5</sup>, 1955), a utilização de soluções ácidas também tem sido indicada para condicionar a superfície da dentina (FUSAYAMA<sup>9</sup> et al., 1979). A aplicação do condicionador ácido sobre esmalte e dentina simultaneamente possibilitou a difusão da resina fluida hidrófila para o interior da região desmineralizada do esmalte e da dentina que após polimerizada formou uma zona de transição chamada "camada híbrida", melhorando a retenção da resina ao dente e diminuindo a microinfiltração. (GWINNETT e MATSUI<sup>11</sup>, 1967; NAKABAYASHI<sup>20</sup>, 1992).

Por outro lado, o uso do ácido fluorídrico em concentrações que variam de 9 a 40% (YEN<sup>26</sup> et al., 1993; OZDEN<sup>21</sup> et al., 1994) sobre a superfície interna da porcelana por um tempo médio de 4 a 10 minutos (OZDEN<sup>21</sup> et al., 1994) tem sido o procedimento técnico usual para aumentar a resistência de união entre a superfície do dente e a restauração cerâmica. Apesar de vários estudos terem demonstrado o aumento da resistência de união na porcelana após o condicionamento ácido, ainda não está estabelecido de que forma isso pode afetar as propriedades mecânicas das restaurações em porcelana (YEN<sup>26</sup> et al., 1993).

No processo de união de restaurações cerâmicas do tipo "onlay", "inlay" e laminados à estrutura dental, os adesivos tem sido coadjuvados por uma geração de cimentos a base de resina. No entanto, a qualidade da união na interface entre a porcelana e

a estrutura dental é dependente da criação de uma superfície interna compatível com o agente cimentante resinoso para otimizar a resistência de união. Quando a restauração em porcelana é confeccionada sobre material refratário a superfície interna é inerentemente rugosa por causa do processo de jateamento usado para remover o material refratário. No caso da aplicação do ácido fluorídrico, a rugosidade da superfície interna da porcelana é aumentada pela remoção da fase cristalina e/ou vítrea da porcelana. O aumento na rugosidade da superfície melhora a retenção micromecânica mas também reduz a resistência da porcelana às forças mastigatórias. Embora, o sistema adesivo combinado com o cimento resinoso penetre nas micro-retenções preenchendo as fendas internas produzidas pela ação do ácido fluorídrico e reduzindo o potencial de fratura da restauração cerâmica, a extensão na remoção das fases da porcelana compromete a forma micro-retentiva e a resistência da restauração cerâmica. (DE GOES<sup>7</sup>,1998).

Assim, o tratamento da superfície interna da restauração de porcelana utilizando o silano – uma substância monomérica na qual o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e a grupos monovalentes hidrolisáveis – pode formar ligações químicas entre a porcelana e o cimento resinoso e, dessa forma, aumentar a resistência de união na interface sem comprometer a resistência da porcelana (DE GOES<sup>7</sup>,1998).

Estudos prévios têm relatado que os resultados numericamente superiores na resistência de união, encontrados com a utilização do procedimento de condicionamento ácido da porcelana, devem-se exclusivamente ao embricamento mecânico e não as ligações siloxano (AIDA<sup>1</sup> et al. 1995; KAMADA<sup>13</sup> et al.,1998). Entretanto, o condicionamento ácido também produz a fragilização interna da porcelana e isto parece explicar os resultados similares de resistência de união relatados por KAMADA<sup>13</sup> et al.,(1998) e por OZDEN<sup>21</sup> et al.

(1994), que compararam a utilização do procedimento de condicionamento ácido com a ação do silano na superfície interna da porcelana,.

Como tem sido relatado que o condicionamento ácido da superfície da porcelana pode ser eliminado sem perda da qualidade de adesão após a aplicação do silano, (AIDA<sup>1</sup>, 1995), propusemo-nos neste estudo a fazer uma avaliação da influência da aplicação de agentes para silanização na resistência à tração de cimentos resinosos unidos a porcelana, bem como fazer a análise do padrão de fratura.

***REVISÃO DA LITERATURA***

## REVISÃO DA LITERATURA

Em 1955, BUONOCORE<sup>5</sup> desenvolveu um método que melhorou significativamente a adesão de resinas acrílicas à estrutura dental. Ele verificou que o condicionamento do esmalte dental com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos aumentava a resistência de união de discos de resina acrílica à superfície dental em relação às amostras que não recebiam nenhum tipo de tratamento antes da aplicação da resina. O autor sugeriu que o aumento na resistência de união conseguida era devido ao aumento da área superficial; exposição da estrutura orgânica do esmalte como uma rede em que o acrílico poderia penetrar; e, aumento da capacidade de umedecimento da superfície condicionada o que permite um contato mais íntimo entre a resina e o esmalte.

Já em 1967, GWINNETT e MATSUI<sup>11</sup> estudaram o relacionamento físico entre vários materiais adesivos e tratamentos superficiais a nível microscópico e sub-microscópico. O ensaio foi conduzido com 32 centrais e caninos superiores humanos. Uma área do esmalte foi isolada pela aplicação de um papel auto-adesivo e sobre este foi aplicada uma camada de esmalte para unhas. Após secar o esmalte o papel auto-adesivo foi retirado sendo aplicada uma gota do líquido do cimento fosfato de zinco. O ácido foi lavado e a superfície foi seca. O esmalte de unhas foi cuidadosamente removido expondo o esmalte adjacente que não foi condicionado e serviu como controle. Oito diferentes materiais foram aplicados sobre a superfície do esmalte, divididos em oito grupos contendo quatro dentes cada um. A seguir os dentes foram cortados ao meio no sentido do longo eixo, sendo cortadas seções com aproximadamente 70  $\mu\text{m}$ . Estas foram presas a uma placa e condicionadas com ácido fluorídrico. A interface entre o esmalte e o adesivo foi examinada. A outra metade de cada

dente foi polida e a superfície condicionada com ácido fluorídrico para exame em microscópio eletrônico de varredura. Extensões filamentosas foram notadas entre a superfície condicionada do esmalte e os adesivos. A origem destas extensões foi atribuída ao monômero dos adesivos que penetraram nos prismas de esmalte polimerizando-se. Tais penetrações podem encapsular os componentes cristalinos do esmalte promovendo uma efetiva e permanente união mecânica com o esmalte.

Em 1979, FUSAYAMA<sup>9</sup> et al. investigaram o comportamento adesivo de 3 resinas sobre esmalte e dentina utilizando um novo método para ensaio de tração. A superfície vestibular de incisivos e a face oclusal de molares humanos foram desgastadas. Os dentes foram armazenados em água e secos com ar comprimido imediatamente antes do uso. As cavidades foram delimitadas através da fixação de um anel de cobre na superfície a ser avaliada. A seguir foi feito o condicionamento das superfícies em esmalte ou dentina com ácido fosfórico 40% por 60 segundos. As resinas usadas foram *Clearfil Bond System F*; *Adaptic* e *Concise*. Após o condicionamento foi aplicada a resina fluida e feita a inserção da resina composta. Os espécimes foram armazenados em água a 37<sup>o</sup> C por 10 minutos, 1 semana, 1 mês e 3 meses após a restauração. O matriz descrita por FUSAYAMA para o ensaio de tração foi fixado na célula de carga da máquina de ensaio universal Instron e o ensaio foi realizado a uma velocidade de 0,8 mm/min. Os autores verificaram que a resina Clearfil apresentou os melhores resultados. Além disso, os resultados demonstraram que o condicionamento ácido das superfícies do dente propiciou um aumento considerável da resistência à tração no esmalte e na dentina.

Em 1986, BARKMEIER<sup>3</sup> et al. avaliaram a diferença no tempo entre 15 e 60 segundos de condicionamento ácido do esmalte em relação a adesão e a morfologia. Foram utilizados 40 pré - molares humanos. As superfícies vestibulares dos dentes foram limpas

com pedra pomes e desgastadas para criar uma superfície lisa. Os dentes foram divididos em 2 grupos. Em um dos grupos foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 15 segundos e no outro grupo, durante 60 segundos. Após lavagem e secagem, foi aplicado o agente de união e fotopolimerizado de acordo com as recomendações do fabricante. A seguir um cilindro de resina composta era posicionado na superfície do esmalte condicionado e fotopolimerizado. Os corpos-de-prova permaneceram estocados em água destilada por 7 dias. Após isso, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina instron a uma velocidade de 5 mm/min. A média de resistência ao cisalhamento para os espécimes que foram condicionados durante 15 segundos foi 19.5 MPa e para os espécimes condicionados pelo tempo de 60 segundos foi 21.3 MPa. Os valores não apresentaram diferenças estatisticamente significantes. Os autores ponderaram que a maior vantagem do condicionamento ácido é a retenção da resina ao dente e a redução da microinfiltração. Outros benefícios como a conservação da estrutura dental e o excelente resultado estético também foram relatados pelos autores. Em relação a resina, foi salientado que as propriedades reológicas da resina e o aumento da área a partir do condicionamento ácido são mais significantes que a profundidade de penetração da resina. Isto porque a profundidade de penetração da resina em uma superfície condicionada por 15 Seg. foi menor que a penetração em uma superfície condicionada por 60 Seg.

Em 1992, HAYAKAVA<sup>12</sup> et al. verificaram a influência das condições superficiais e agentes de silanização na união de resinas à porcelana. Os autores relataram que o condicionamento com ácido fluorídrico em combinação com agentes de silanização promovem uma melhora efetiva na adesão das resinas à porcelana. Para o experimento foram confeccionados discos de porcelana com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, sendo em seguida embutidos em resina acrílica autopolimerizável. A superfície da porcelana

foi tratada de acordo com um dos procedimentos: (1) polimento com lixa de granulação 1000; (2) polimento com lixa de granulação 1000 e condicionamento com ácido fosfórico por 60 segundos e (3) polimento com lixa de granulação 1000 e condicionamento com ácido fluorídrico por 60 segundos. O procedimento seguinte foi a aplicação do silano na superfície dos discos de porcelana por 30 segundos sendo a seguir secos com ar comprimido. Um anel de silicone foi posicionado na superfície da porcelana tratada. Os anéis foram preenchidos com resina composta sem a aplicação prévia de um agente de união (resina sem carga) sendo fotopolimerizados por 90 segundos. Os espécimes controle foram preparados sem a aplicação do silano. Após a polimerização da resina o anel de silicone foi retirado e os espécimes foram imersos em água por um dia. Em seguida, foi realizado o ensaio de cisalhamento a uma velocidade de 2 mm/min. Entre outros resultados os autores concluíram que entre os espécimes controle, aqueles condicionados com ácido fluorídrico alcançaram os mais altos valores. Além disso, nos grupos polidos ou condicionados com ácido fosfórico o padrão de fratura foi predominantemente adesivo na interface porcelana / compósito. Para o grupo condicionado com ácido fluorídrico, o padrão de fratura foi predominantemente coesivo da porcelana. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico não é necessário na obtenção de uma união mais forte entre o compósito e a porcelana se os agentes de silanização, que reagem com os grupos OH da superfície da porcelana formando ligações siloxano, forem utilizados.

Em 1992, NAKABAYASHI<sup>20</sup>, publicou um trabalho de revisão no qual o mecanismo de atuação da resina 4-META é descrito. Segundo o autor, os metacrilatos que possuem grupamentos hidrofílicos e hidrofóbicos, como o 4-META, são capazes de penetrar na dentina intertubular, promovendo uma integração monomérica, a qual resulta em um aumento da resistência de união. O sistema adesivo 4-META em metil-metacrilato (MMA),

com pó poli-MMA iniciado por tri-n-butil borano parcialmente oxidado (TBB), chamado de 4-META/MMA-TBB, é também descrito como excelente promotor de união. Ainda segundo o autor, o condicionamento dentinário com a solução 10-3 (10% de ácido cítrico + 3% de cloreto férrico) estabiliza o colágeno durante a remoção da apatita mineral, preservando a configuração tridimensional. Este fenômeno permite a penetração do monômero resinoso 4-META, o qual tem sua polimerização iniciada pelo TBB em conjunção com o oxigênio e a água presentes na dentina. Uma vez polimerizada, a resina forma um emaranhado com as fibras colágenas, encapsulando os cristais de hidroxiapatita, e criando uma zona de transição ácido resistente chamada de “camada híbrida”.

Em 1993, ASMUSSEN<sup>3</sup> et al. avaliaram a adesão de agentes cimentantes a base de resina através da energia de fratura. Os autores ponderaram que um considerável número de procedimentos foram desenvolvidos para tornar as superfícies internas das restaurações compatíveis com cimentos resinosos e entre eles citam o condicionamento eletrolítico; o jateamento com óxido de alumínio; e, a silanização. Outra consideração feita pelos autores diz respeito a diferença de resultados obtidos com a mesma combinação de materiais em diferentes laboratórios. Segundo eles isto acontece porque não está sendo avaliado somente o material e sim uma combinação desconhecida de propriedades mecânicas e formas geométricas dos espécimens. Para o ensaio foram confeccionadas placas metálicas na forma retangular. Estas placas receberam jateamento com óxido de alumínio ( 250 $\mu$ m), sobre elas aplicado os agentes cimentantes e, então, unidas. Após a polimerização do adesivo e cimento, foi aplicado uma cunha na interface metal-adesivo-metal, forçando a separação das placas metálicas. Os autores verificaram que apesar da alta variabilidade dentro dos grupos estudados, este tipo de ensaio pode dar dados relevantes no desempenho

das resinas adesivas. Cimentos resinosos com monômeros especialmente indicados para união possuem melhor desempenho em relação àqueles cimentos sem essa especificação..

Em 1993, YEN<sup>26</sup> et al. avaliaram o efeito do condicionamento ácido na resistência flexural de porcelana feldspática e blocos cerâmicos. Os autores dizem que apesar de vários estudos terem estabelecido o aumento da resistência de união na porcelana pelo condicionamento ácido, ainda há controvérsias quanto as propriedades mecânicas das restaurações de porcelana. Embora seja rotina por parte dos laboratórios a utilização de ácido fluorídrico em concentrações que variam de 20 a 40% para remoção de resíduos na parte interna das coroas de jaquetas de porcelana, alguns estudos concluíram que o condicionamento afeta adversamente a porcelana por causa da (1) perda do glaze superficial; (2) aumento do tamanho do poro e (3) exposição das partículas de alumina que previnem a propagação de fendas. Os autores reportaram uma perda de 30% na resistência de blocos cerâmicos fresados condicionados com bifluoreto de amônia. Há também o fato de a maioria das fraturas de porcelana ocorrerem durante o processo de cimentação e não durante o uso da prótese o que leva alguns autores a concluírem que a resistência da porcelana não é totalmente dependente das características superficiais como o vidro. Os espécimes deste estudo foram feitos de modo a simular uma coroa "Veneer" em porcelana. Dois procedimentos distintos foram utilizados: o primeiro foi a confecção de blocos cerâmicos utilizando a porcelana Mirage. Foram confeccionados 50 moldes refratários a partir de um modelo mestre em acrílico. A seguir a massa de porcelana (Mirage) foi colocada no interior dos moldes de revestimento previamente sinterizados. O conjunto (molde refratário e porcelana) foi levado ao forno e sinterizado seguindo as recomendações do fabricante. Após a sinterização a porcelana recebeu um acabamento com lixas de granulação progressivamente mais finas. Este desgaste foi realizado sem a retirada do molde refratário.

Após os espécimes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos, marcados e aquecidos novamente para obtenção do glaze natural na superfície exposta da porcelana. Após a porcelana foi retirada do revestimento e limpa com água em ultra-som. A face glazeada foi protegida com fita adesiva e a outra face recebeu um dos tratamentos propostos: grupo (0) sem condicionamento; grupo (a) meio minuto de condicionamento; grupo (b) 1 minuto de condicionamento e grupo (c) 2,5 minutos de condicionamento. O agente de silanização e o cimento resinoso foram aplicados seguindo as recomendações dos fabricantes. O cimento resinoso foi aplicado entre as faces de porcelana a serem cimentadas. Um peso de 500 g foi colocado sobre o conjunto de modo a obter-se uma espessura de cimento uniforme. O excesso de cimento foi removido das margens sendo os espécimes foram fotopolimerizados por 60 segundos. Logo após, todos os espécimes foram colocados em uma unidade *Triad* de fotopolimerização onde receberam uma polimerização adicional de 3 minutos. A seguir os espécimes foram estocados em água destilada por 1 semana. O segundo procedimento foi a obtenção de 50 blocos de porcelana *Dicor*. Estes blocos foram obtidos a partir de matrizes de resina acrílica previamente preparadas nas dimensões necessárias. As matrizes acrílicas foram incluídas em revestimento e fundidas. A fundição foi realizada seguindo as recomendações do fabricante. Os espécimes foram cuidadosamente retirados do revestimento sofrendo uma inspeção visual. Todas as faces, exceto a que seria condicionada, foram lixadas. A superfície dos espécimes fundidos recebeu a aplicação de duas camadas de porcelana. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos, que receberam o mesmo tratamento que os espécimes anteriores. Também neste caso, todos os procedimentos de aplicação do silano e do cimento resinoso foram seguidos segundo cada fabricante. Todos os espécimes preparados foram estocados em água destilada por uma semana sendo a seguir avaliados através da resistência à flexão de 3 pontos. A velocidade

de carregamento foi de 0,5 mm/min. Os autores concluíram que não houve diferença estatística entre os grupos que receberam e os que não receberam condicionamento ácido superficial para ambos tipos de porcelana avaliadas. Também, não foram encontradas diferenças significantes entre os tempos de condicionamento ácido para os dois tipos de porcelanas.

Em 1994, OZDEN<sup>21</sup> et al., avaliaram o efeito do tratamento superficial da porcelana na resistência ao cisalhamento de cimentos resinosos. Os autores colocaram que os cimentos que possuem reação de polimerização dupla (dual) eliminam alguns inconvenientes da cimentação convencional, tais como: tempo de trabalho menor; espessura da película na interface dente restauração; e, riscos de fratura durante a cimentação. Além disso, resistência a degradação oral e a resistência à tração dos cimentos com sistema "dual" são maiores que os seus similares. Além disso, os autores colocaram que os cimentos de reação dupla foram desenvolvidos a partir da combinação das vantagens dos cimentos fotopolimerizáveis e convencionais. Os cimentos de presa dual apresentam um sistema peróxido – amina de ação lenta o que permite um adequado tempo de trabalho e uma adequada polimerização das superfícies não expostas ou pouco expostas a luz. Outro fator considerado é que as restaurações indiretas são sustentadas somente pelo suporte derivado da união química ou mecânica do agente cimentante ao dente e restauração. Assim, o principal fator determinante da longevidade clínica da restauração está no cimento e na resistência e durabilidade da união. Na realização do experimento, foram fundidos 77 botões metálicos. Posteriormente estes botões receberam uma camada de 1 mm de porcelana feldspática. A seguir os corpos de prova foram aleatoriamente divididos e 7 grupos e cada um dos grupos recebeu um dos tratamentos propostos: (1) Silano; (2) condicionamento ácido; (3) Asperização; (4) Asperização, condicionamento ácido e silano; (5) Asperização e

silano; (6) Condicionamento e silano e (7) Asperização e condicionamento ácido. A seguir, uma matriz de teflon com 8 mm de diâmetro foi colocada na superfície tratada dos corpos de prova e o cimento resinoso foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. Todas as amostras foram fotopolimerizadas e estocadas em água destilada a 37 ° C por 24 horas. As amostras submetidas ao ensaio de cisalhamento em um tensiômetro a uma velocidade de 2 mm/min. Entre outras conclusões os autores verificaram que o uso do agente de silanização em conjunto com a asperização mecânica obteve a mais alta média de resistência ao cisalhamento sendo estatisticamente diferente de todos os demais grupos. Nos grupos em que não houve alteração superficial, o subgrupo que recebeu apenas a aplicação do silano apresentou a maior média de resistência ao cisalhamento em comparação aos subgrupos condicionados e asperizados. Os grupos que receberam apenas a aplicação do silano tiveram valores estatisticamente superiores aos grupos que receberam apenas a aplicação do condicionamento ácido. Um outro fato interessante foi que a média de resistência dos corpos de prova que apenas receberam a aplicação do silano (sem alteração da superfície) foi maior que os corpos de prova que foram asperizados e condicionados.

Van NOORT<sup>25</sup> em 1994, descreve a ação dos agentes de ligação como sendo a de deslocar a água aderida à superfície da porcelana e promover uma forte ligação química entre os grupos óxidos na superfície do vidro e as moléculas poliméricas da resina. Os agentes de silanização apresentam a fórmula genérica: R- Si- X<sub>3</sub>, onde R representa um grupo orgânico funcional e as unidades X são grupamentos hidrolisáveis unidos ao silano. O último só está presente como um intermediário, uma vez que são hidrolisados para formar um silanol, como se segue:  $R-Si-X_3 + 3 H_2O \rightarrow -Si(OH)_3 + 3 HX$ . Estes trihidroxi silanol são capazes de competir com a água na superfície do vidro pela formação de ligações de

hidrogênio com os grupos hidroxila na superfície do vidro. Quando o agente de silanização é seco, a água é removida e ocorre uma reação de condensação entre o silanol e a superfície. Uma vez formada esta ligação, esta não é mais susceptível à hidrólise. Quando a resina é posteriormente colocada em contato com o vidro tratado com o silano, o grupo orgânico funcional, R, reage com a resina, estabelecendo uma forte união. Para que este processo tenha sucesso, é importante que o grupamento orgânico funcional seja compatível com o sistema resinoso empregado. O autor concluiu que sem o agente de silanização a união poderia rapidamente sofrer deterioração à medida que a água difundisse através da resina e voltasse a adsorver na superfície do vidro, deslocando assim a resina.

Em 1995, AIDA<sup>1</sup> et al. avaliaram a adesão de compósitos à superfície da porcelana através de vários condicionamentos superficiais. Eles relataram que a adesão da resina a superfície da porcelana é obtida através do condicionamento ácido e da aplicação do silano na superfície da porcelana. Em relação ao silano, o aumento da resistência pode ser conseguido basicamente por duas formas: tratamento pelo calor ou a utilização de um catalisador ácido. Pela facilidade de uso, as novas gerações de silano estão incorporando catalisadores ácidos nas suas formulações. Estes catalisadores promovem a iniciação e propagação da formação de uniões siloxano entre o silano e a superfície da porcelana. Para o ensaio foram confeccionados discos em porcelana com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Cada grupo de discos foi submetido a um dos seguintes tratamentos: (1) polimento; (2) condicionamento com ácido fosfórico; (3) condicionamento com ácido fosfórico e limpeza ultra-sônica; (4) condicionamento com ácido fluorídrico; (5) condicionamento com ácido fluorídrico e limpeza ultra-sônica. Após os respectivos tratamentos, os grupos foram subdivididos em 3 grupos com um grupo para cada tipo de silano utilizado. O silano foi aplicado na superfície da amostra por 60 segundos e seco por 10 segundos. Um anel de

silicone foi aplicado a superfície da porcelana e a resina composta foi condensada e fotopolimerizada por 60 segundos. A seguir, o anel foi retirado sendo os espécimes imersos em água a 37° C por 24 horas. Após este período o conjunto foi submetido ao ensaio de tração a uma velocidade de 2 mm/minuto. Entre outras conclusões os autores afirmaram que nas amostras condicionadas com ácido fluorídrico a resistência foi numericamente maior mas não pela formação de ligações siloxano e sim por embricamento mecânico da resina na superfície da porcelana em função da maior rugosidade superficial. Outra constatação foi que a resistência de união não foi afetada pelos tratamentos superficiais sofridos pela porcelana. Também foi verificado que a limpeza ultra-sônica após o condicionamento ácido não afetou significativamente a resistência de união entre os espécimes neste experimento. No caso da utilização dos dois tipos de silanos disponíveis comercialmente, a formação de ligações siloxano foi o fator determinante para o aumento da resistência de união e o tratamento superficial não influenciou nos valores de resistência. Ainda, foi verificado fraturas coesivas na porcelana nesta situação. Os resultados também indicaram que a qualidade da adesão provém do silano e isso possibilita a eliminação do condicionamento ácido da superfície da porcelana.

Em 1995, DELLA BONA e VAN NOORT<sup>8</sup>, questionaram a validade dos ensaios de cisalhamento através de um estudo comparativo entre os ensaios de tração e cisalhamento. Cilindros metálicos foram produzidos para os ensaios de resistência ao cisalhamento. Análise por elemento finito foi usada para determinar qualitativamente a distribuição de esforços. O ensaio de resistência à tração foi usado para avaliar dois sistemas de reparo em porcelana. Um deles utilizou ácido fluorídrico e o outro ácido fosfórico. Os autores concluíam, através da análise de elemento finito que o ensaio de cisalhamento avaliou a resistência da base do material e não a resistência da interface cimentada. No teste de

tração, a fratura ocorreu invariavelmente na camada de adesivo. Ambos condicionadores avaliados mostraram habilidade de melhorar a resistência de união à cerâmica. Os autores afirmaram ainda que o teste de tração é mais apropriado para avaliação da capacidade adesiva de compósitos à cerâmica.

Em 1995, GIORDANO<sup>10</sup> et al. avaliaram o efeito do acabamento superficial na resistência à flexão de cerâmicas feldspáticas e alumínicas. Os autores relataram que uma porcelana feldspática convencional é formada basicamente por 64% de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e 18% de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), com quantidades variáveis de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ) e sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ). Relataram ainda que o acabamento superficial da cerâmica é importante no que diz respeito a estética, resistência e desgaste do elemento antagonista. Tradicionalmente o glazeamento é o último procedimento antes de efetuar-se a cimentação da peça protética por produzir uma superfície mais lisa e teoricamente mais reforçada. Acrescentaram também que a literatura sugere que um certo grau de desgaste e polimento resulta em um material mais resistente. Isso ocorre porque existe a formação de uma área de esforço à compressão logo abaixo da área desgastada que atua prevenindo a extensão de fendas e falhas na porcelana. Para o ensaio, foram confeccionados 105 espécimens em forma de barras utilizando dois tipos de porcelana feldspática (Vita VMK 68 e Vitadur N). Além disso, foram confeccionados 45 barras de cerâmica alumínica (Vitabloc). Os espécimes de porcelana feldspática foram divididos em 7 grupos que receberam os seguintes tratamentos: (a) sem glazeamento; (b) glazeamento natural; (c) glazeamento artificial; (d) desgaste; (e) polimento; (f) desgaste e resinterização; e (g) polimento e resinterização. Entre outros resultados, os autores verificaram que em relação a porcelana feldspática, os valores de resistência revelaram uma diferença significativa entre os grupos sem glazeamento e com glazeamento natural, com

glazeamento artificial, desgastados ou polidos. Sendo que o melhor resultado foi apresentado pelo grupo que recebeu apenas o polimento.

Em 1995, KELLY<sup>15</sup> fez uma revisão sobre as perspectivas em relação aos ensaios de resistência. Coloca a resistência como uma propriedade condicional do material que será estudado. Inicia fazendo uma alusão ao trabalho de Griffith que mostra que o prolongamento da fenda somente ocorre quando a energia elástica armazenada (energia mecânica) na extensão da fenda é maior que a energia necessária para formação de novas superfícies, mostrando que a resistência é sensível a defeitos do tipo microfendas e que portanto não é uma propriedade intrínseca do material. Quanto à resistência relacionada ao processamento do material, o autor coloca que alguns passos do processamento afetam o tamanho, orientação e distribuição das falhas podendo afetar a mensuração da resistência em um material frágil. Dessa forma, para que um ensaio de resistência seja relevante, os espécimes a serem ensaiados devem ser do mesmo tipo e com uma estrutura semelhante àquela colocada em serviço (usado pelo paciente) para que a distribuição das falhas Griffith sejam parecidas. O processamento do corpo de prova também pode aumentar a influência de defeitos microestruturais como a formação de fases secundárias fracas na periferia do pó de porcelana e microtrincamentos associados a expansão granular anisotrópica ou transformação de fase após o resfriamento (por exemplo, quartzo e leucita). Outra consideração é com relação ao preparo dos corpos de prova. Os espécimes a serem ensaiados são freqüentemente lixados ou polidos na superfície a ser submetida ao ensaio. A direção em que se processa o jateamento dos corpos de prova pode mudar os valores de resistência. Além disso, o sentido em que se processa o polimento pode induzir a um maior número de falhas. Sob condições normais, o desgaste e polimento de muitas cerâmicas podem introduzir uma camada de stress compressivo na superfície do material, aumentando

os valores de resistência. Uma outra forma de se obter este "aumento" de resistência é a retirada da camada superficial da porcelana (aprox. 50 a 100  $\mu\text{m}$ ). Isso é possível devido a retirada da "camada que contém as falhas" na cerâmica. Um outro fator é a quantidade de queimas sofridas pelo material. Quanto maior o número de queimas mais frágil se torna o material. Em relação aos ensaios propriamente ditos, muitos aspectos práticos podem alterar os resultados da resistência, incluindo concentração de stress, tamanho do espécime, limitação elástica e modo de falha (localização e tipo de falha). Outro fator interessante colocado pelo autor foi em relação ao cuidado na padronização dos espécimes a serem submetidos aos ensaios de tração. Além disso, a taxa de stress não será igual para espécimes com diferentes espessuras ou módulos de elasticidade, mesmo quando são submetidos a ensaios a uma mesma velocidade. Estudos dos fragmentos de corpos de prova indicaram que a falha inicia na linha de cimentação. Isso implica que a superfície interna de próteses cerâmicas são locais de maior concentração de stress. Outro fator considerado pelo autor foi em relação ao tratamento dos corpos de prova com silano hidrofóbico para aumentar a resistência da porcelana felspática. Uma última consideração diz respeito aos resultados clínicos. A taxa de falha em porcelanas confeccionadas em dentes molares, pré molares e anteriores cimentados com cimento de fosfato de zinco foi de 35,3%, 18,8% e 3,5% respectivamente, ao passo que para cerâmicas cimentadas com cimento resinoso a taxa de falhas foi de 1,3% em uma avaliação de 3 anos. Isso comprovou que o condicionamento e a aplicação de um polímero na superfície interna da porcelana melhora significativamente a resistência de união dos corpos de prova. Este melhoramento está relacionado a (1) diferenças na distribuição do stress, (2) alteração na cinética do

desenvolvimento da fenda e (3) tamanho da falha com diferenças entre os cimentos utilizados.

Em 1995, KITASAKO<sup>16</sup> et al., usaram ensaios de tração e cisalhamento para avaliação de 4 cimentos resinosos (3 marcas comerciais e 1 experimental) em esmalte e dentina de dentes bovinos usando as determinações da padronizadas pela ISO. A preparação dos dentes incluiu o nivelamento da superfície do esmalte e dentina através do desgaste. As raízes foram removidas e as regiões a serem usadas na experimentação foram desgastadas com lixas de granulação 1000. Os dentes foram embutidos em gesso mantendo a face preparada do dente voltada para placa de vidro. A superfície do dente foi mantida úmida durante todos os procedimentos. Após a presa do gesso a superfície preparada do dente foi coberta com fita adesiva contendo um orifício de 3 mm de diâmetro. Para o ensaio de tração, um cilindro de resina composta com aproximadamente 15 mm de comprimento por 4 mm de diâmetro foi cimentado perpendicularmente a superfície do dente a ser cimentada. As amostras foram estocadas em água destilada a 37<sup>o</sup> por 24 horas. O dispositivo usado para o ensaio de tração foi similar ao descrito por Fusayama (1979). Para o ensaio de cisalhamento foi usado o dispositivo descrito pela padronização da ISO. Os dispositivos foram montados em uma máquina de ensaio universal com uma vel. de 1 mm/min. Após o ensaio mecânico, a resistência de união e o tipo de fratura foram registrados. O tipo de fratura foi classificado por inspeção visual em um dos 4 grupos: Falha adesiva na interface resina-dente; falha adesiva parcial com remanescentes da resina na estrutura dental; falha coesiva no cimento resinoso deixando a superfície do dente completamente coberta com material resinoso; e, falha coesiva em esmalte e dentina. Os autores concluíram que para o esmalte houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais em ambos os ensaios (tração e cisalhamento). O tipo de fratura não indicou uma

diferença estatisticamente significativa entre tração e cisalhamento para cada um dos materiais ou substratos.

Em 1995, MIYAZAKI<sup>17</sup> et al., estudaram a influência da luz irradiada sobre os primers dentinários na interface dentina-resina. A utilização de primers dentinários é uma tentativa de melhorar algumas dificuldades existentes nos procedimentos de união a dentina, que incluem: constituintes orgânicos da dentina, variações na composição intrínsecas e estrutura da smear layer, tubulos preenchidos com fluidos e umidade inerente a dentina. Os autores também sugeriram que a umidade da dentina é governada pela magnitude relativa das forças intermoleculares entre a superfície alterada da dentina e os líquidos aplicados. Foram utilizados 3 sistemas de união à dentina. Dois deles continham canforoquinona e um outro terceiro não. As raízes e a polpa foram removidas e a câmara pulpar fechada com algodão. A superfície vestibular foi desgastada com lixa N° 240 até a obtenção de uma superfície plana. Cada dente foi montado em uma base de resina acrílica. O acabamento final foi feito com lixa de granulação 600 e feita a aplicação dos "primers". A seguir, uma área de 4 mm de dentina foi delimitada usando uma fita adesiva. Então o agente de união foi aplicado sobre a área restrita da dentina. A seguir um molde de teflon foi colocado e fixado sobre o adesivo, permitindo, desta forma, que a resina fosse aplicada sobre o área condicionada. A resina foi fotopolimerizada por 30 seg.. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37° C por 24 horas. Sendo, a seguir, submetidos ao ensaio de cisalhamento. Para a mensuração do angulo de contato, blocos de dentina foram preparados de maneira semelhante ao descrito anteriormente. Assim, a superfície da dentina recebeu a aplicação do primer e em seguida foram fixados em uma máquina para mensuração do angulo de contato. Uma gota de água destilada foi colocada sobre o primer e o angulo de

contato foi medido imediatamente. Os autores concluíram que a fotopolimerização dos primers que contem canforoquinona resultou em um aumento da resistência de união à dentina e um aumento efetivo da capacidade de umedecimento da superfície do adesivo.

Em 1995, MOHSEN e CRAIG<sup>18</sup> avaliaram o efeito da silanização na dispersão das partículas inorgânicas de quartzo e zircônio por monômeros usados na formulação de compósitos. Os silanos são considerados os promotores de adesão entre a matriz orgânica e a partícula de carga mineral, melhorando a resistência química e mecânica. Embora a adesão seja a função principal dos silanos, existem muitos fatores envolvidos na modificação da interface orgânica e inorgânica promovida pelos silanos e que modificam substancialmente as propriedades do material. Por exemplo, o silano reduz a ação inibitória da carga na polimerização das resinas ativadas termicamente. A silanização também protege a superfície da carga contra fraturas, fortalecendo a camada superficial da resina, melhorando substancialmente as propriedades do material. Outro fator a ser considerado esta relacionado com as modificações superficiais da carga que afetam a reologia da mistura polímero/carga pela mudança das características de umedecimento, dispersão das partículas e alteração de viscosidade do material. Neste estudo foram usados 16 tipos de silano e 3 métodos de dispersão. A silanização foi feita a partir de uma solução de água e etanol e pela adição direta de silanos à carga em temperatura ambiente e no ponto de ebulição das soluções de silano. A quantidade de silano usada foi a necessária para uma cobertura uniforme da carga ou 3 vezes a cobertura mínima da carga. Todos os silanos e métodos de tratamento diminuíram os valores de escoamento para ambas as cargas ( zircônio e Quartzo) quando comparadas as cargas não silanizadas. Os autores concluíram que a quantidade de monômero necessária para recobrir as partículas de carga foi substancialmente reduzida pela silanização independente do tipo de carga usado (quartzo ou zircônio). Entretanto, o

método de silanização e a escolha do silano podem ter um impacto significativo na quantidade de monômero necessário para produzir uma mistura com uma determinada consistência.

Também em 1995, PACHECO<sup>22</sup> em sua tese de mestrado avaliou a influência do condicionamento ácido e da aplicação do silano na resistência ao cisalhamento na união porcelana – resina composta. Para o ensaio foram confeccionados 100 discos cerâmicos (Duceram) divididos em 5 grupos: cada grupo de 20 amostras foi submetido a um dos seguintes tratamentos: (1) Multi Bond Alpha; (2) Scotchbond Multi-uso; (3) Optibond Multi-uso; (4) e (5) Multi Bond Alpha e Scotchbond Multi-uso respectivamente, modificados pelo condicionamento com ácido fluorídrico a 10%. Metade das amostras de cada grupo foram tratadas com o agente de silanização dos respectivos fabricantes. A outra metade permaneceu sem a aplicação do silano. Os materiais foram manipulados unindo os discos cerâmicos a cilindros de porcelana com 4 mm de diâmetro e 5 mm de altura. A seguir foram armazenados por 24 horas a 37<sup>o</sup> C e 100% de umidade relativa. A seguir foram submetidos ao ensaio de cisalhamento a uma velocidade de 6 mm/min. O autor verificou um predomínio de fraturas coesivas no corpo da porcelana nos grupos onde houve o condicionamento como ácido fluorídrico. Também foi verificado que a aplicação dos silanos Scotchprimer Ceramic Primer e Porcelain Repair Primer aumentaram significativamente a resistência de união da interface porcelana – resina composta. O aumento de resistência promovido pelos silanos foi da ordem de 40% é média.

Em 1995, ROULET<sup>23</sup> et al. avaliaram os efeitos das condições de tratamento e estocagem na resistência cerâmica – compósito. Os autores sugeriram que dois motivos levaram a melhoria das restaurações cerâmicas: aperfeiçoamento nos procedimentos de cimentação e na obtenção da porcelana. Mas destes dois fatores o que causa o maior

impacto no desempenho clínico é a melhoria nos procedimentos de cimentação. A cerâmica deve estar efetivamente aderida a estrutura dental através do agente cimentante resinoso. Assim, a adesão permite distribuir o stress mastigatório para dentro do complexo dente – compósito – porcelana, evitando a propagação das possíveis fendas. Essa situação é análoga a uma fenda de esmalte que se propaga até a junção amelo – dentinária sem crescimento posterior. Outro fator ponderado é que para maximização da resistência de união, a superfície condicionada deve ser recoberta por um agente de silanização porque contribui grandemente para formação de ligações covalentes entre a superfície da cerâmica e o compósito. Isso também melhora o umedecimento da superfície da cerâmica pelo material cimentante. Para o ensaio de resistência de união foram utilizadas 3 cerâmicas (Dicor, Mirage e Vitabloc), 3 métodos de tratamento superficial (condicionamento ácido, jateamento com óxido de alumínio e desgaste) e 3 tipos de silano (MPS, MPS mais paratoluedina e viniltricloro silano). Foram usadas duas condições de estocagem (24 horas no ar e 1 hora em água a 37<sup>o</sup>). As amostras de cerâmica foram obtidas pela sinterização de barras com 70 mm de comprimento e 6 mm de diâmetro. A superfície da cerâmica recebeu um dos seguintes tratamentos: (1) lixa de granulação 600; (2) jateamento por 3 segundos com óxido de alumínio; e (3) condicionamento ácido por 90 Seg. com gel de amônia ou com ácido fluorídrico. As superfícies de todos os corpos de prova foram secas com jatos de hidrofluorcarbono (HFC). Isso foi feito como prevenção de uma possível contaminação pelo óleo presente no sistema de ar comprimido. Os três tipos de silanos utilizados foram: (a) 2.5% em volume de  $\gamma$  metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPS), 2.5 % em volume de ácido acético misturado com 95% de etanol. (b) 2.5% em volume de  $\gamma$  metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPS); N, N dimetil paratoluedina; 2.5 % em volume de ácido

acético misturado com 94.5% de etanol e (c) 2.5 % em volume de viniltriclorosilano com 95% de etanol. O tratamento com os silanos consistiu na imersão dos corpos de prova nas respectivas soluções por 30 Seg. A seguir foi conduzida a cimentação das amostras com a utilização de um cimento dual. Todos os corpos-de-prova foram estocados a temperatura ambiente por 24 horas. Após este período, 5 espécimes de cada grupo foram colocados em recipientes plásticos contendo água de torneira e armazenados a 37<sup>o</sup> C por 12 meses. Após este período foram feitos os ensaios de cisalhamento. Os resultados relatam baixos valores de resistência de união ao cisalhamento quando a superfície da porcelana foi desgastada com lixas de granulação 600 e apenas associada a cimento resinoso. Em relação aos silanos os melhores resultados foram obtidos com os grupos que tiveram o silano aquecido. Também observou-se que a solução VTC apresentou um resultado superior comparada as soluções MPS utilizadas.

Em 1996, KATO<sup>14</sup> et al., avaliaram a resistência de união e durabilidade de sistemas adesivos para porcelana. Eles sugeriram a utilização dos silanos na preparação da superfície da cerâmica durante os procedimentos de cimentação. Acrescentam que sua utilização foi estendida para os sistemas de reparo de porcelana. Cinco primers e seis agentes de cimentação foram avaliados em combinação. Foram confeccionados discos cerâmicos em dois tamanhos diferentes através de moldes em material refratário. Após a sinterização do material, o molde foi destruído através de jateamento com oxido de alumínio. A superfície a ser avaliada foi desgastada com carbeto de silício seguido por jateamento com oxido de alumínio. Logo após, uma fita adesiva com uma perfuração de 3 mm de diâmetro foi posicionada no centro da superfície preparada da amostra com o intuito de definir a área de cimentação e a espessura do agente cimentante em 50µm. Foram preparados 10 pares para

de discos cerâmicos cada sistema de cimentação. Os excessos de cimento foram retirados e os espécimes imobilizados por 30 minutos. Metade dos corpos-de-prova foi apenas armazenada em água a 37<sup>o</sup> C por 24 horas e a outra metade foi submetido a 20.000 ciclos térmicos. Completados os tratamentos os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento e os resultados a análise estatística. Entre outros resultados os autores verificaram que a resistência de união para todos os agentes cimentantes variou de 30.3 a 65.3 MPa, sendo que a termociclagem reduziu consideravelmente os valores de resistência de todo os sistemas adesivos. Outra conclusão mostrou que para os sistemas em que o silano foi ativado por um ácido metacrilato hidrofóbico houve um aumento da resistência de união após a termociclagem.

Em 1996, MOLIN<sup>19</sup> et al., avaliaram a influência da espessura da película de cimento na resistência de união da interface cerâmica-resina composta. Na fixação com cimento de fosfato de zinco, o espaço entre as partes a serem cimentadas deve ser o menor possível. Para as restaurações cerâmicas que são fixadas com cimento resinoso, um espaço na ordem de 50 a 300  $\mu\text{m}$  pode ser esperado. Para que estes cimentos tenham uma polimerização apropriada é necessário uma fonte de luz com uma determinada intensidade e comprimento de onda. A espessura e translucidez do material são os dois parâmetros que podem resultar em uma diminuição no grau de conversão monomérica com redução das propriedades físicas e mecânicas do cimento. Também em relação ao procedimento de cimentação, uma diminuição no grau de conversão do cimento resinoso pode ser antecipado devido a absorção de oxigênio dos substratos (porcelana ou dente). No presente estudo foram usados dois cimentos resinosos e duas porcelanas feldspáticas. Foram produzidos espécimens nas dimensões de 6 x 8 x 2 mm que foram unidos na ponta de cilindros

metálicos com Araldite. A superfície a ser condicionada foi desgastada com lixas de granulação 1000. A seguir a superfície a ser avaliada recebeu um dos tratamentos propostos: (1) condicionamento com Mirage Super Etch por 90 segundos e lavada por 60 segundos, e (2) condicionamento com ácido fluorídrico a 4,9% por 60 segundos e lavada por 20 segundos. O cimento foi fotopolimerizado em duas faces do corpo-de-prova por 60 segundos que a seguir foram estocados em água destilada por 24 horas. A seguir os corpos-de-prova foram posicionados em uma matriz metálica de 4 pontas que foi fixada em máquina de ensaios universal. Os ensaios de resistência de união foram realizados a uma velocidade de 1 mm/min. Entre outros resultados foi observado que os maiores valores de resistência foram obtidos para os corpos-de-prova com uma espessura de 100  $\mu\text{m}$  de cimento para ambas a porcelanas avaliadas. Além disso, a maioria dos Corpos-de-prova revelou que a fratura iniciou na interface cimento / porcelana e propagou - se para o interior do material cerâmico. Em apenas 28% dos corpos-de-prova , o padrão de fratura ficou restrito ao cimento resinoso sem comprometimento do corpo da porcelana.

Em 1996, SÖDERHOLM e REETZ<sup>24</sup> fizeram uma revisão sobre os fatores que afetam a confiabilidade das uniões de cimentos resinosos. Eles afirmam que a maior meta da odontologia restauradores é selar o tecido dentário destruído, evitando a penetração microbiana e reduzindo as cáries recorrentes. Eles afirmam que algumas variáveis determinam a qualidade das uniões adesivas dos cimentos resinosos: (1) resistência da superfície do substrato; (2) a habilidade da resina em "molhar" a superfície do substrato; (3) qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato; (4) resistência do cimento polimerizado; (5) stress induzido no cimento durante a polimerização; (6) qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina; (7) a habilidade da resina molhar a superfície

da dentina e (8) a resistência superficial da dentina. Os autores afirmam, também, que o sucesso de uma união adesiva depende de quão bem a resina infiltra-se na superfície do dente e da restauração. Os tratamentos que tornam a superfície organofílica aumentam a união através da infiltração do cimento nas micro-irregularidades superficiais. Tais tratamentos são conseguidos com a aplicação de componentes silanos, particularmente na superfície da cerâmica. O silano pode formar ligações entre o cimento resinoso e a cerâmica. Apesar de os silanos serem altamente recomendados como "primers" cerâmicos. Primeiro, a solução deve ser nova para que não ocorra uma polimerização antes do uso. O silano exposto a umidade pode hidrolizar-se. Os grupos hidrolisados reagem com outros grupos perdendo a habilidade de formar ligações com as cerâmicas. Um segundo problema com a cobertura de silano é que estes formam camadas multi-moleculares quando aplicados em uma superfície cerâmica. Uma cobertura de silano espessa pode não polimerizar-se totalmente. Uma terceira consideração é que o silano não deve ser contaminado entre a aplicação na superfície da cerâmica e a aplicação do agente cimentante.

Em 1997, BROSH<sup>4</sup> et al., avaliaram o efeito de diferentes formas de tratamento superficial e agentes de união sobre a resistência ao cisalhamento na união de resinas compostas antigas e novas. Afirmaram que uma interface entre um compósito antigo e um novo compósito (cimento resinoso) pode existir. Para melhorar a resistência de união nesta interface é necessário um aumento na rugosidade da superfície do compósito velho e recobri-lo com uma camada de agente de união. Para o experimento foram preparados 360 amostras de resina composta Pertac Híbrida e Silux Plus. Um dos grupos de resina sofreu um processo de envelhecimento. A seguir as amostras receberam os seguintes tipos de tratamentos superficiais: desgaste com broca diamantada; jateamento com "microetcher", jateamento com bicarbonato de sódio (aparelho profilático); desgaste com pedra de

carburundum, tratamento com ácido fluorídrico e um grupo controle que não recebeu nenhum tipo de tratamento. Cada grupo foi subdividido em 3 subgrupos e cada um recebeu um tipo de agente de união diferente. 1. controle sem agente de união; 2. resina sem carga e 3. agente de silanização. Após os tratamentos as amostras foram posicionadas na matriz e uma nova porção de compósito foi polimerizada sobre o conjunto. A seguir, os conjuntos foram fixados em um dispositivo para ensaio de cisalhamento. Entre outros resultados os autores afirmaram que os melhores resultados foram obtidos pela resina sem carga combinada com o silano independente da textura superficial criada pelos diferentes tratamentos superficiais.

CARVALHO<sup>6</sup> em 1997, desenvolveu um trabalho de tese com o objetivo de avaliar a resistência à tração da porcelana sob influência de materiais cimentantes. Para isto, foram confeccionados 48 discos cerâmicos, divididos em 6 grupos da seguinte forma: A – amostras sem tratamento de superfície ou aplicação de material cimentante, B – superfície não glazeada da amostra foi condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 4 minutos, C – procedimento similar ao do grupo B, seguido da aplicação de silano, adesivo e do cimento resinoso Choice (Bisco), D – procedimento similar ao do grupo C, porém com aplicação do cimento resinoso Scotchbond (3M), E – superfície não condicionada e utilização de cimento de fosfato de zinco (SS White), F - superfície não condicionada e aplicação do material Vitremer para cimentação (3M). Os corpos-de-prova foram armazenados por 24 horas a 37° C e 100 % de umidade relativa. E em seguida submetidos ao teste de flexão biaxial a uma velocidade de 2 mm/min, em uma máquina de ensaio MTS. Os valores médios de resistência à fratura foram: Grupo A: 13,20 MPa, B: 10,19 MPa, Grupo C: 178,26 MPa, D: 154,96 MPa, E: 125,59 MPa, F: 128,13 MPa. O autor explicou que o menor valor de resistência à tração obtida para o Grupo A está relacionado a remoção da fase vítrea e cristalina da superfície da

porcelana. Concluiu que a resistência à tração da porcelana variou de acordo com o material cimentante e foi maior quando utilizada a associação condicionamento ácido/sistema adesivo/cimento resinoso.

Em 1998, DE GOES<sup>7</sup> fez uma revisão sobre os cimentos resinosos. O autor diz que o procedimento restaurador adesivo tem por objetivo relacionar as propriedades físicas do material à capacidade de união com as estruturas do dente, de modo a se aproximar das condições ideais funcionais e estéticas exigidas pela população. O autor também relata que o aumento da rugosidade da superfície melhora a retenção micromecânica mas também reduz a resistência da porcelana às forças mastigatórias. Embora a aplicação do sistema adesivo combinado com o cimento resinoso penetre nas microertensões, eliminando as fendas internas produzidas pelo ácido fluorídrico e reduzindo o potencial de fratura da restauração cerâmica, a extensão na remoção das fases da porcelana compromete a forma micro-retentiva e a resistência da restauração cerâmica. Quanto ao silano, o autor diz que o tratamento da superfície condicionada da porcelana com silano - uma substância monomérica, na qual o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e a grupos monovalentes hidrolisáveis - pode formar ligações químicas entre a porcelana e o cimento resinoso e, dessa forma, aumentar a resistência de união na interface. No entanto alguns problemas estão associados ao uso do silano e merecem consideração. 1. A solução de silano deve ser nova; 2. Cuidados com exposição do silano a umidade; 3. na solução de silano contaminada os radicais reagem entre si e o silano perde a habilidade de formar ligações químicas com a superfície da porcelana. Dessa forma é necessária a manutenção do silano em frascos de vidro ou recipientes que impeçam o contato com a umidade. A condição de uso do silano pode ser observada pela sua translucidez. Caso esteja hidrolizada

e os radicais reagiram entre si, a solução de silano se apresentará na cor leitosa e deve ser descartada.

Ainda em 1998, KAMADA<sup>13</sup> et al., avaliaram a resistência ao cisalhamento de 4 cimentos resinosos unidos ao material cerâmico Cerec 2. Além disso, determinaram o efeito de vários tratamentos superficiais aplicados sobre a superfície da cerâmica. Foram confeccionados blocos cerâmicos em dois tamanhos diferentes através do sistema CAD/CAM. Quatro tratamentos superficiais foram avaliados: (1) desgaste com lixa de granulação 600; (2) condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 60 segundos e lavagem por 5 segundos; (3) aplicação de um agente de silanização e secagem por 5 segundos e (4) condicionamento ácido semelhante ao grupo 2 e aplicação do silano. Foram utilizados 4 tipos de agentes cimentantes: Super-Bond; Panavia 21; Clapeal e Vita cerec duo cement. O protocolo de cimentação recomendado pelo fabricante foi seguido. Uma fita de polietileno com um orifício de 4 mm foi colocada sobre a área a ser avaliada para delimitar a ação do agente cimentante. A espessura do agente cimentante foi mantida em aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ . Os excessos de cimento foram removidos e os corpos-de-prova imobilizados por 30 minutos. Cada grupo continha 10 amostras de cada tamanho de porcelana e foram divididos em 2 subgrupos de 5 corpos-de-prova cada. Um dos grupos foi armazenado em água e o outro recebeu 20.000 ciclos térmicos. Completados os tratamentos, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento a uma velocidade de 0,5 mm / minuto e os resultados submetidos a análise estatística. Os autores verificaram que a resistência de união para todos os agentes cimentantes não foi melhorada pelo condicionamento ácido da superfície da porcelana. Entretanto a aplicação do silano, com ou sem condicionamento ácido aumentou significativamente a resistência de união da porcelana. Outro ponto a ser

considerado foi que todos os corpos-de-prova que receberam ciclagem térmica e que recebeu a aplicação do agente de silanização apresentaram fratura coesiva da porcelana. Os autores concluíram que a aplicação do silano foi essencial para a obtenção de uma maior resistência de união entre o cimento resinoso e a porcelana.

## ***MATERIAIS E MÉTODO***

## MATERIAIS E MÉTODO

### MATERIAIS

Foi utilizado neste estudo uma porcelana feldspática (Duceram - Degussa, Dental - Werkstoff-Gesellschaft) de alta fusão indicada para confecção de próteses fixas e, três (03) cimentos a base de resina indicados para cimentação de restaurações cerâmicas e metalo-cerâmicas de diferentes fabricantes. Para cada agente cimentante, foi utilizado o respectivo sistema de união e silanização. As características de todos os materiais utilizados estão descritas na tabela I e II.

TABELA I: Descrição dos sistemas adesivos e agentes de silanização utilizados.

SISTEMA ADESIVO	SILANO	COMPOSIÇÃO DO ADESIVO	LOTE	FABRICANTE
Scotchbond Multi Purpose	Solução de silano pré hidrolizado de fase única	Bis-GMA, HEMA e Peróxido de benzoila	19971914	3M Dental products Division. St Paul, MN
Prime&bond 2.1	Silano; Etanol e Ácido Acético.	UDMA, PENTA, BDMA, BHT, Canforoquinona, EDAB, hidrofluoreto de cetilamina fotoiniciador, acetona	39032	Dentsply Ind. E Com. Ltda Petrópolis RJ
Heliobond	(3 Metacryloxiopropil trimetoxi silano)	Bis - GMA	911055	Vivadent Ets., Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan, Principality of Liechtenstein

TABELA II: Listagem dos cimentos a base de resina utilizadas.

AGENTE DE CIMENTAÇÃO	REAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO*	LOTE	FABRICANTE
Enforce	"dual"	39032	Dentsply Ind. E Com. Ltda Petrópolis RJ Vivadent Ets., Bendererstrasse 2, FL- 9494 Schaan, Principality of Liechtenstein
Variolink II	"dual"	911055	
Cimento resinoso Opal	"dual"	19971202	3M Dental products Division. St Paul, MN

\* Reação de polimerização química e fisicamente

## MÉTODO

### Confecção das amostras de Porcelana

As amostras de porcelana foram confeccionadas pela condensação do pó em um molde previamente torneado em aço inox com a forma de um tronco-de-cone, nas dimensões de 2,50 mm de altura por 7,30 mm no menor diâmetro e 10,00 mm no maior diâmetro (Figura 1 A). Então, o pó cerâmico foi inserido no interior do molde e submetido a uma pressão de 100 kg. Após a retirada da pressão, os excessos do pó cerâmico foram removidos das bordas da matriz. A seguir, uma nova prensagem foi conduzida utilizando uma carga de 500 kg. O procedimento foi executado em uma máquina de ensaio universal (LOS, Alemanha).

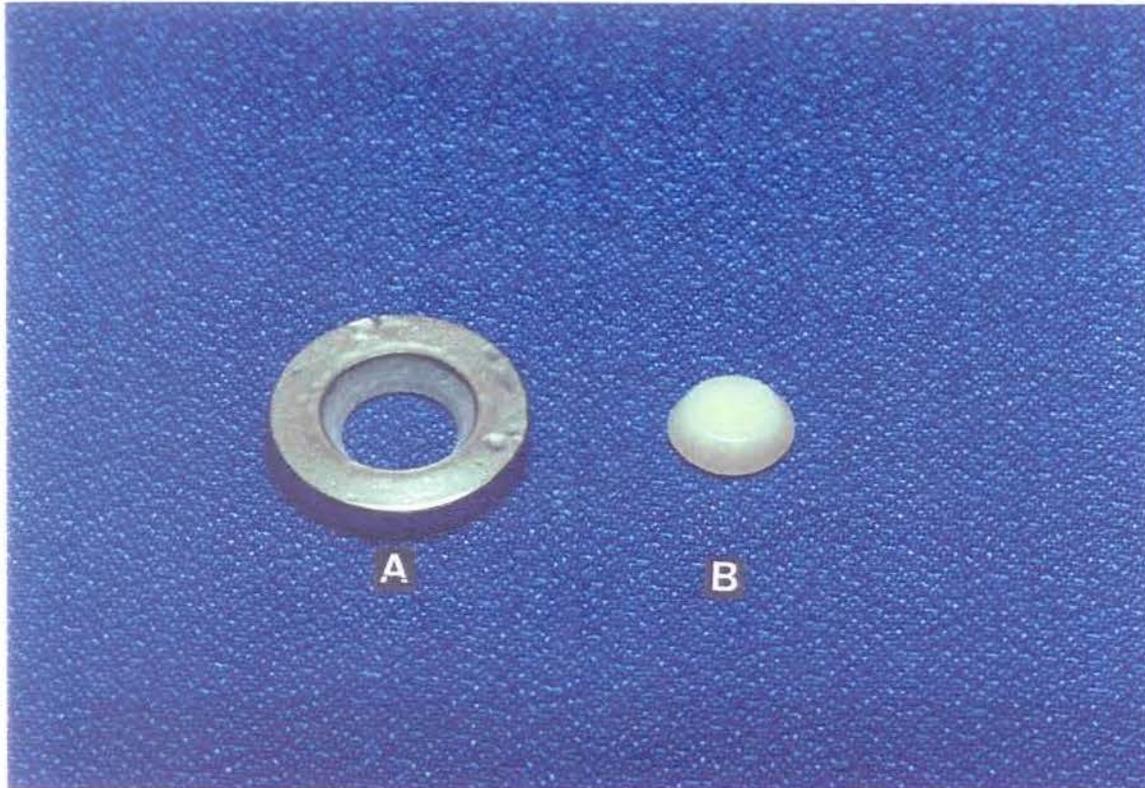


FIGURA 1: Molde de aço para confecção das amostras (a); amostra sinterizada (b).

Após este período, a amostra foi colocada sobre a plataforma de queima de um forno para porcelana (EDG, modelo "VULCANO", São Carlos, São Paulo, Brasil) e, em seguida, levada em posição para o início do procedimento de sinterização à vácuo. O forno foi programado de modo a permanecer 15 minutos com a plataforma na posição de secagem (T1 - forno aberto) a 575 °C. A seguir foi iniciado o procedimento de pré-aquecimento com duração de 10 minutos. Após isso, a temperatura foi elevada até a temperatura de queima (T2-forno fechado) a 930 °C com uma velocidade de aquecimento de 80 ° C por minuto e mantida por 1,5 minutos sob vácuo (60 cm de Hg). Desta forma, foram obtidos 168 discos de porcelana (Figura 1B).

### Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de resistência à tração

Os 168 discos de porcelana foram divididos em 3 grupos com 56 discos cada um e cada um dos grupos foi subdividido em dois subgrupos de 28 amostras. Em seguida, cada disco de porcelana foi posicionados no centro de um suporte metálico e sobre o conjunto foi posicionado um cilindro plástico com o intuito de centralizar o disco de porcelana para o procedimento de embutimento ( Figura 2).

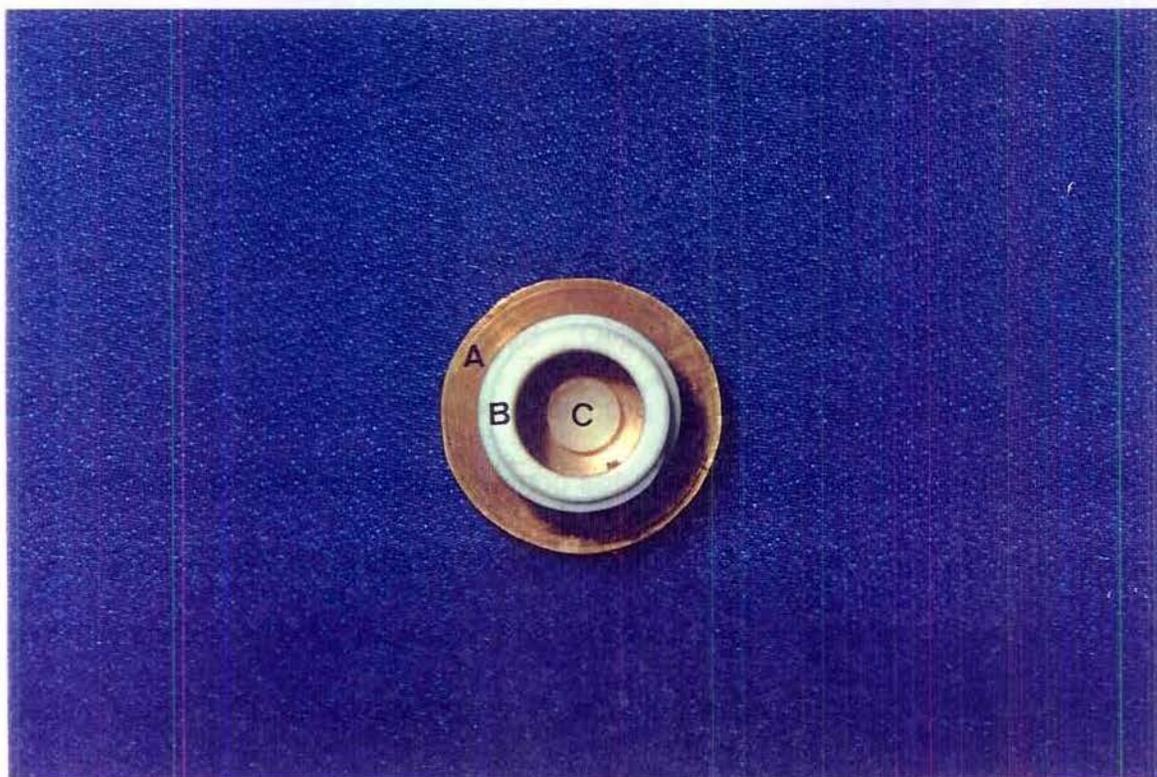


FIGURA 2: Disco de porcelana posicionado para o embutimento: (a) suporte metálico , (b) cilindro em PVC, (c) disco de porcelana.

A seguir foi vertida resina acrílica autopolimerizável (Clássico, São Paulo, Brasil) no interior do cilindro plástico e, então, levados e posicionados em uma polimerizadora com

água a 40<sup>o</sup> C e 25 lb./pol. de pressão. Após o embutimento, os discos em porcelana foram fixados em um torno mecânico (RIOSULENSE, Rio do Sul, Santa Catarina, Brasil), para receber o acabamento inicial e permitir o acabamento da superfície da porcelana embutida (Figura 3). O cilindro plástico contendo o disco cerâmico foi fixado em um dispositivo metálico. Em seguida, um anel metálico com espessura de 0,8 mm foi posicionado sobre uma placa de vidro e sobre este anel metálico um segundo anel metálico medindo 2 cm de espessura 20 mm de diâmetro interno foi posicionado. O conjunto formado pelo cilindro plástico fixado no dispositivo metálico foi estabilizado no anel metálico de maior espessura. O anel metálico de menor espessura foi retirado e possibilitou o desgaste padrão de 0,8 mm da superfície da porcelana a ser cimentada. (Figura 4). Dessa forma, os discos de porcelana foram desgastados com lixas de papel abrasivo NORTON, de granulação 220 e 600, respectivamente em uma politriz horizontal (AROTEC APL – 2, Arotec industria e comércio, São Paulo, Brasil) sob refrigeração. A seguir, as amostras foram removidas do dispositivo metálico e submetidas a limpeza em água sob ultra-som durante 12 minutos e, então, recolocadas no dispositivo metálico para o procedimento de cimentação ( Figura 5).

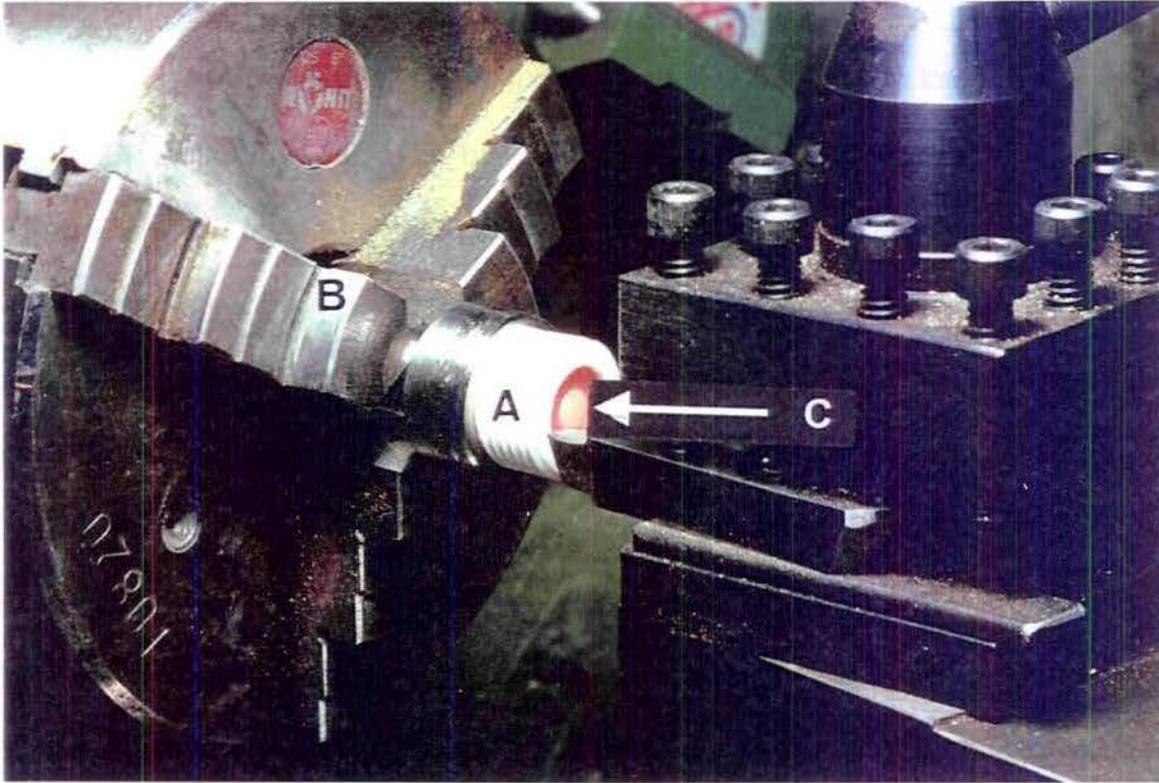


FIGURA 3: Cilindro em PVC (a) posicionado no torno mecânico (b) para os procedimentos de desgaste das bordas do cilindro de PVC (c).

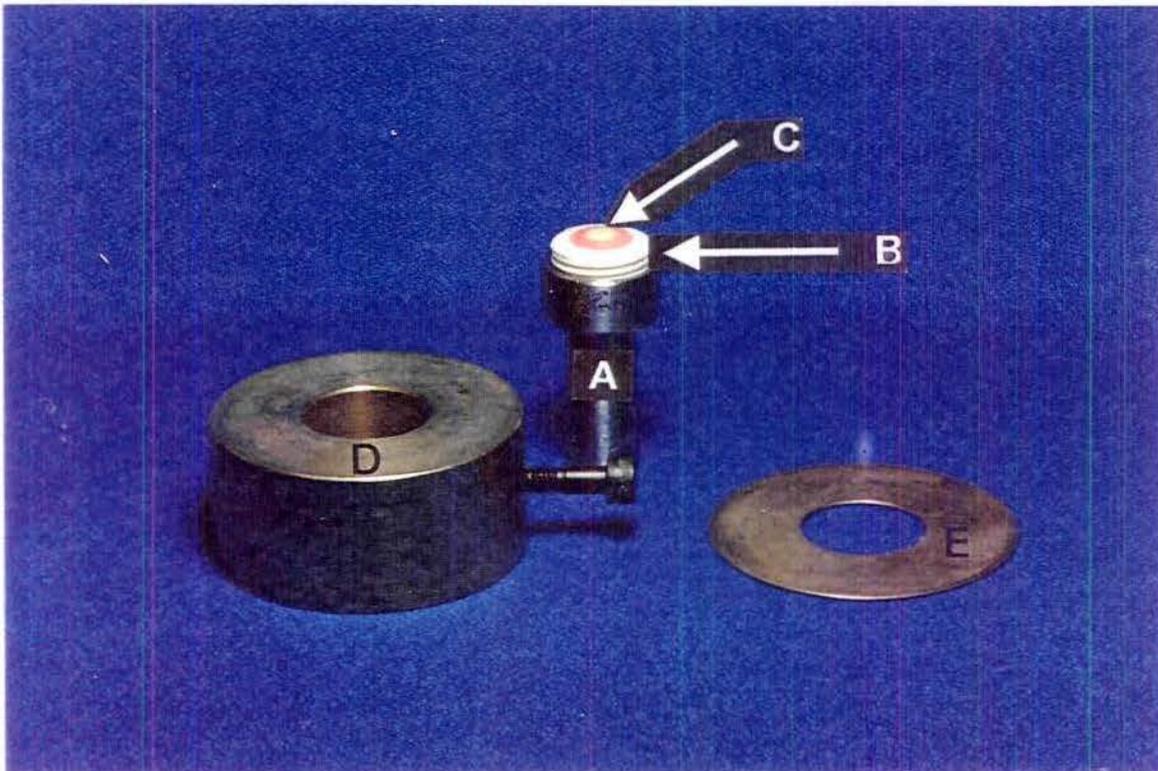


FIGURA 4: Dispositivo metálico (a) onde foi fixado cilindro plástico (b) contendo a amostra de porcelana embutida em resina acrílica (c) para acabamento da superfície a ser cimentada. Anel metálico maior (d) e anel metálico menor (e) usados para desgastar a amostra de porcelana.

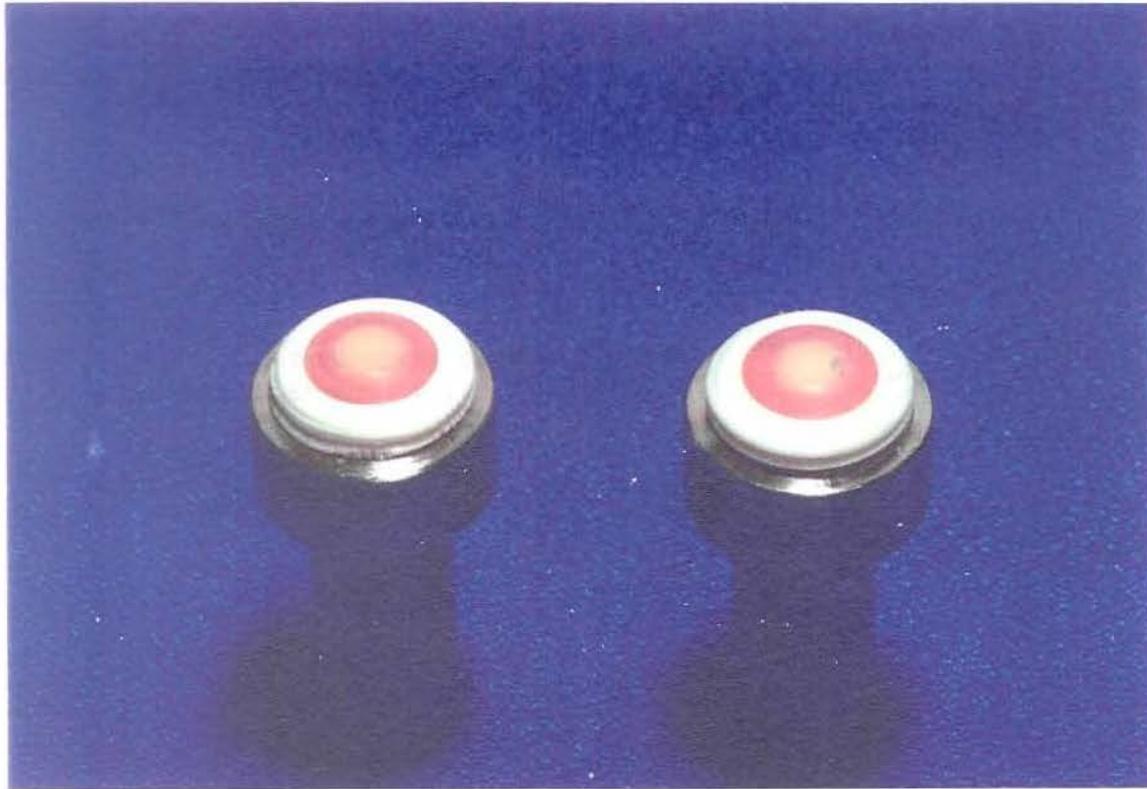


FIGURA 5: Cilindro plástico contendo a amostra de porcelana posicionado no dispositivo metálico.

Para o ensaio de resistência à tração foi confeccionado uma matriz metálica em aço inox composta por 3 partes distintas. A primeira parte ficou fixa no mordente da máquina de ensaio universal. Na segunda parte da matriz está contido o rolamento de tração axial SKF PSS 5302 (SKF, Germany). Este rolamento permite um autoajuste da matriz durante o ensaio de tração. A terceira parte é fixa e sustenta os corpos-de-prova para a realização do ensaio de tração. O conjunto completo está disposto em corte transversal na Figura 6.

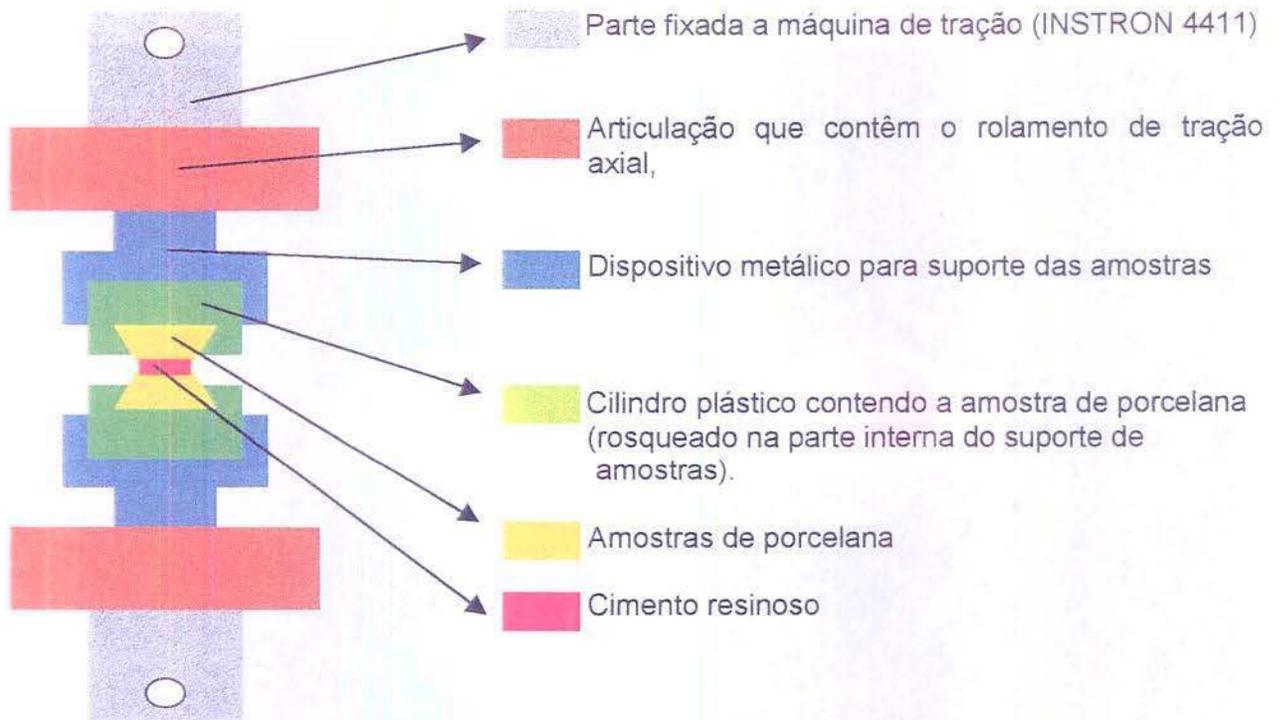


FIGURA 6: Diagrama da matriz para o ensaio de tração axial em corte transversal.

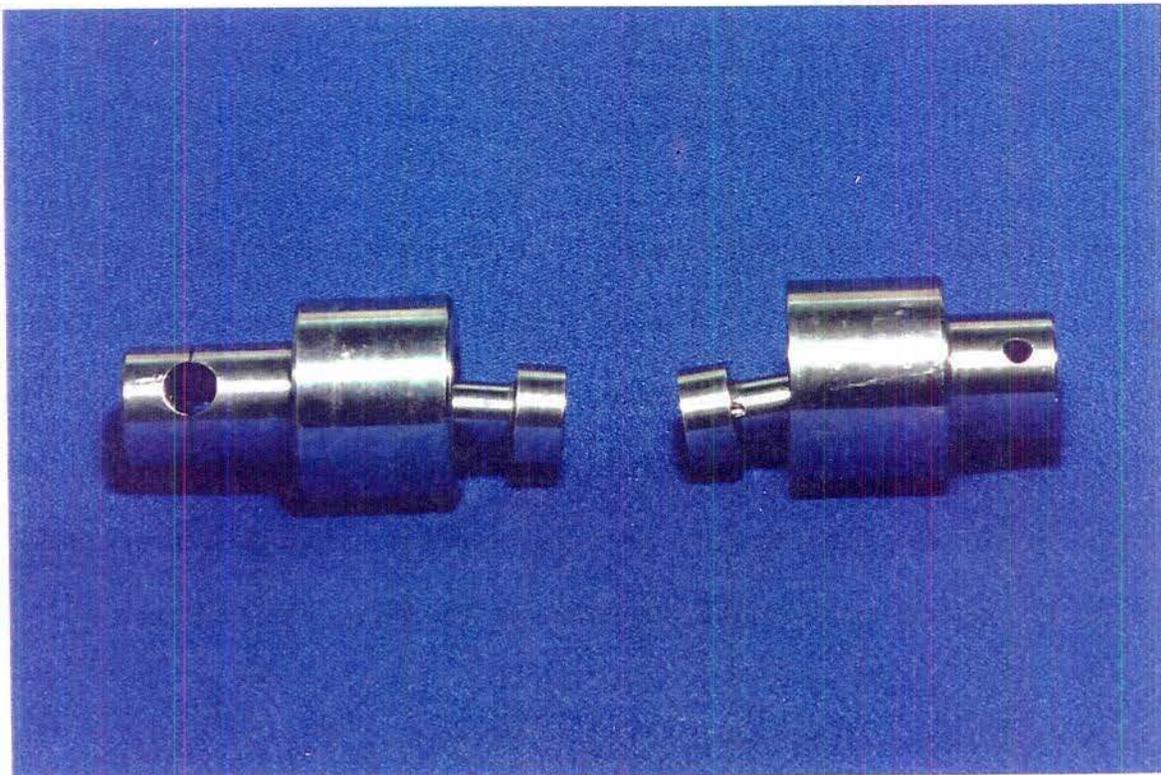
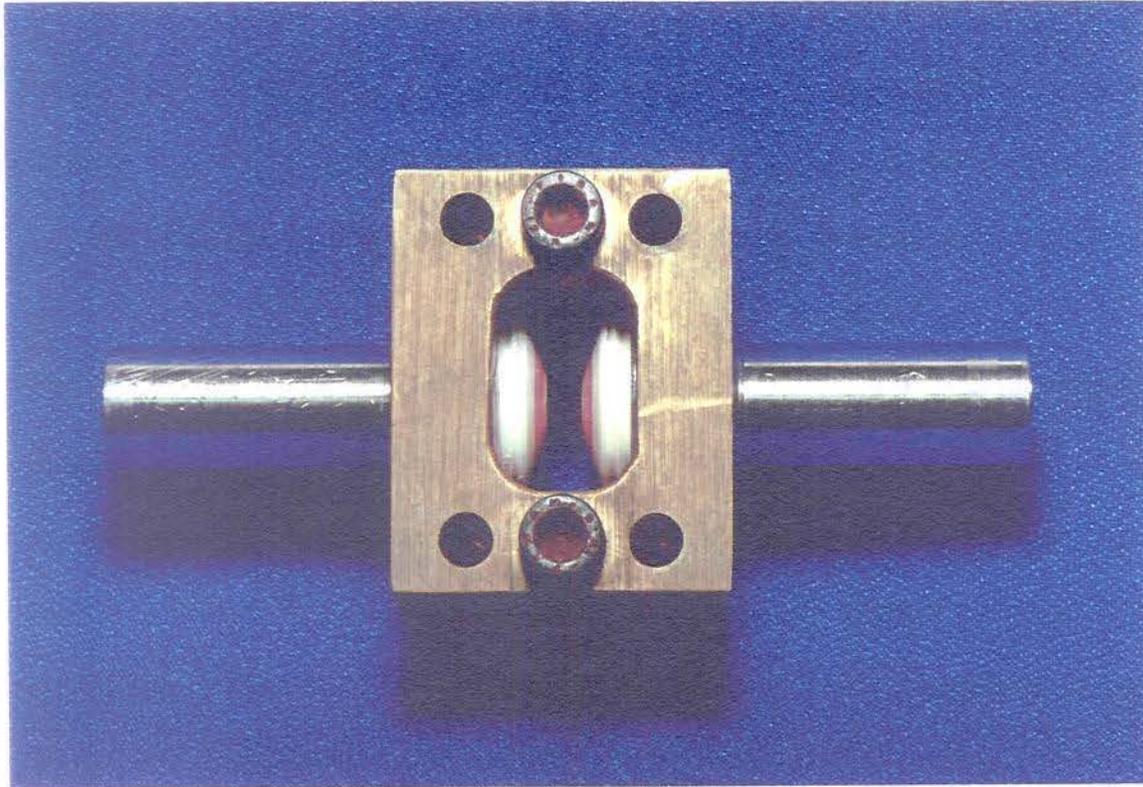


FIGURA 7: Dispositivo articulado usado para o ensaio de tração axial.



**FIGURA 8:** Dispositivo metálico contendo as mostras de porcelana posicionadas fixadas na matriz para o ato de cimentação.

Nesta fase do experimento, os dispositivos metálicos contendo os cilindros plásticos com os discos de porcelana foram fixados em lados opostos um dispositivo metálico desenhado especificamente para o ato de cimentação (Figura 8). Desta forma, em cada grupo experimental contendo 28 discos de porcelana, 14 deles receberam a aplicação do agente de silanização e outros 14 foram utilizados como controle. O agente de silanização usado foi determinado pela marca comercial do cimento resinoso (Tabela III). No caso do cimento *Enforce* (Grupo I), o agente de silanização é fornecido em dois frascos distintos. Assim, uma gota de cada frasco foi dispensada e misturada em um casulo plástico e aplicado sobre a superfície da porcelana por 20 segundos com o auxílio de um pincel. Um

leve jato de ar comprimido foi aplicado sobre a superfície da cerâmica silanizada. Em seguida, uma segunda camada de silano foi aplicada e novamente recebeu o leve jato de ar. Seguiu-se então com a aplicação do agente de união *Prime & Bond 2.1*. Um leve jato de ar também foi aplicado sobre o agente de união para remoção do solvente e, em seguida, realizado a polimerização utilizando uma unidade de luz ativadora XL 3000 (3M Co.), por 10 segundos.

Para o Cimento *Variolink II* (Grupo II), o silano “*Monobond – S*” é fornecido em frasco único. Então, uma gota do silano foi dispensada em um casulo plástico e aplicado na superfície da porcelana por 60 segundos com o auxílio de um pincel. Um leve jato de ar comprimido foi aplicado para uniformização da camada de silano. A seguir, o agente de união *Heliobond* foi aplicado sobre a superfície da porcelana silanizada. Um leve jato de ar foi aplicado sobre o agente de união para remoção do excesso de solvente. Neste caso, o agente de união não sofreu fotopolimerização prévia a aplicação do cimento, conforme as recomendações do fabricante.

Para o cimento *Opal* (Grupo III), o silano “*Scotchbond Primer*” contido em um único frasco, foi dispensado em um casulo plástico e aplicado na superfície da porcelana com o auxílio de um pincel. Um leve jato de ar foi aplicado sobre a superfície silanizada por 5 segundos. A seguir, o agente de união “*Scotchbond Catalist*” (3.5) foi aplicado sobre a superfície da porcelana silanizada e um leve jato de ar foi aplicado para retirada do excesso de solvente. Também neste caso o agente de união não foi fotopolimerizado antes da aplicação do cimento, seguindo as recomendações do fabricante.

Na fase seguinte do experimento foi feito o procedimento de cimentação nos três grupos. Os três tipos de cimento estão disponíveis em seringas denominadas base e catalisadora, com exceção do cimento *Enforce* na qual a resina catalisadora está

condicionada em recipiente plástico arredondados. Dessa forma, partes iguais (base e catalisador) de cada cimento foram dispensadas sobre um bloco de papel impermeável e misturadas durante 20 segundos até a obtenção uma massa homogênea e de cor uniforme.

TABELA III: Descrição dos grupos experimentais utilizados no estudo.

Grupo	Cimento	Sistema de união	Nº de corpos-de-prova*
I	Enforce	Sistema Prime & Bond 2.1	28
II	Variolink II	Sistema de união Variolink II	28
III	Opal Cement	Scotchbond Multi Purpose	28

\*14 corpos-de-prova receberam a aplicação do agente de silanização  
14 corpos-de-prova não receberam a aplicação do agente de silanização

Com o auxílio de uma espátula plástica o cimento foi aplicado sobre a superfície da porcelana através das aberturas laterais do dispositivo para cimentação (Figura 8). A seguir, os parafusos da matriz metálica onde estão posicionados os dispositivos metálicos contendo a porcelana foram liberados e os dispositivos foram colocados em contato. O conjunto foi submetido a uma força de compressão de 500 g por dois minutos. Neste momento os parafusos da matriz foram atarraxados e os excessos do cimento foram

removidos com o auxílio de uma espátula plástica. A seguir, o cimento foi fotopolimerizado através das aberturas da matriz onde os corpos-de-prova forma cimentados. A fotopolimerização foi realizada com o auxílio de um aparelho Curing light XL 3000 ( 3M, Dental Products Division, St. Paul, MN ) durante 80 segundos em cada janela lateral do dispositivo metálico que continha as amostras de porcelana, totalizando 160 segundos de exposição à luz. O aparelho fotopolimerizador teve sua intensidade de luz previamente aferida pelo seu próprio radiômetro.

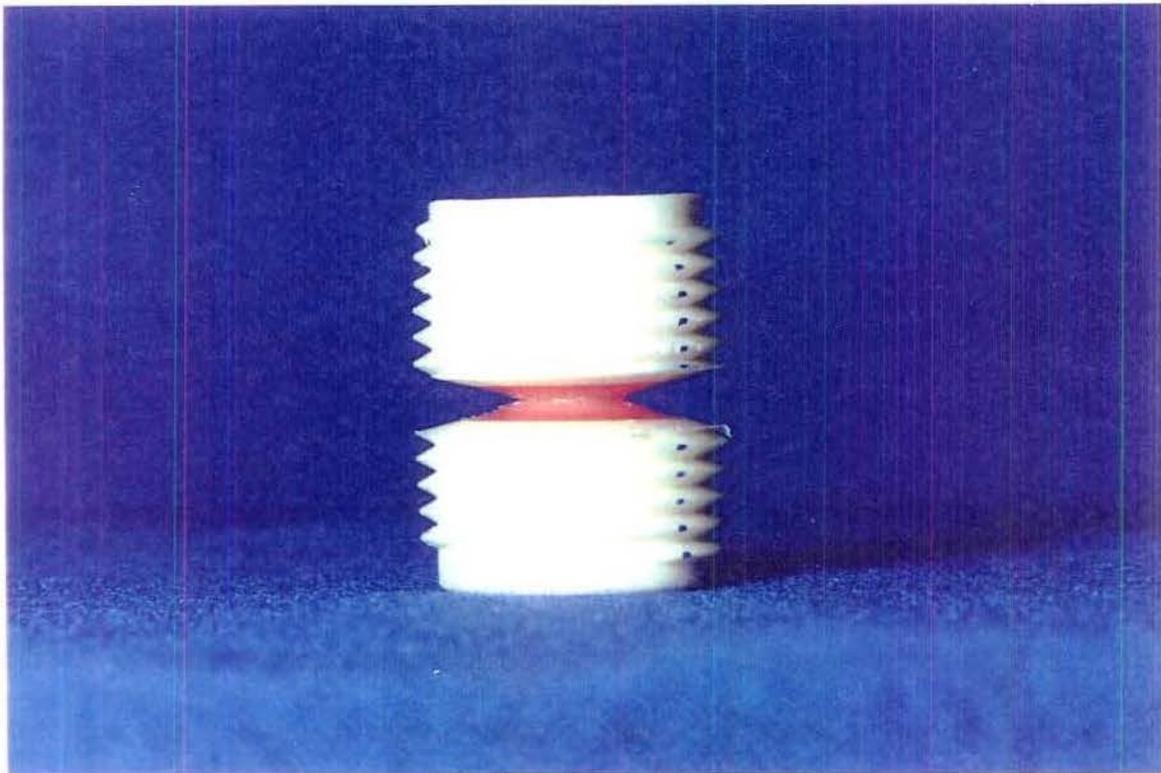


FIGURA 9: Corpo de prova preparado para o ensaio de tração.

Após a fotopolimerização, os corpos-de-prova foram retirados da matriz usada para a cimentação e desconectadas do dispositivo metálico para armazenagem em uma estufa a 37° C e 100% de umidade relativa por 24 horas.

Após as 24 horas, os corpos-de-prova foram montados na matriz metálica previamente fixada na máquina de ensaio universal INSTRON (Modelo 4411) para o ensaio de tração. Os corpos de prova foram tracionados a uma velocidade de 1 mm/minuto.

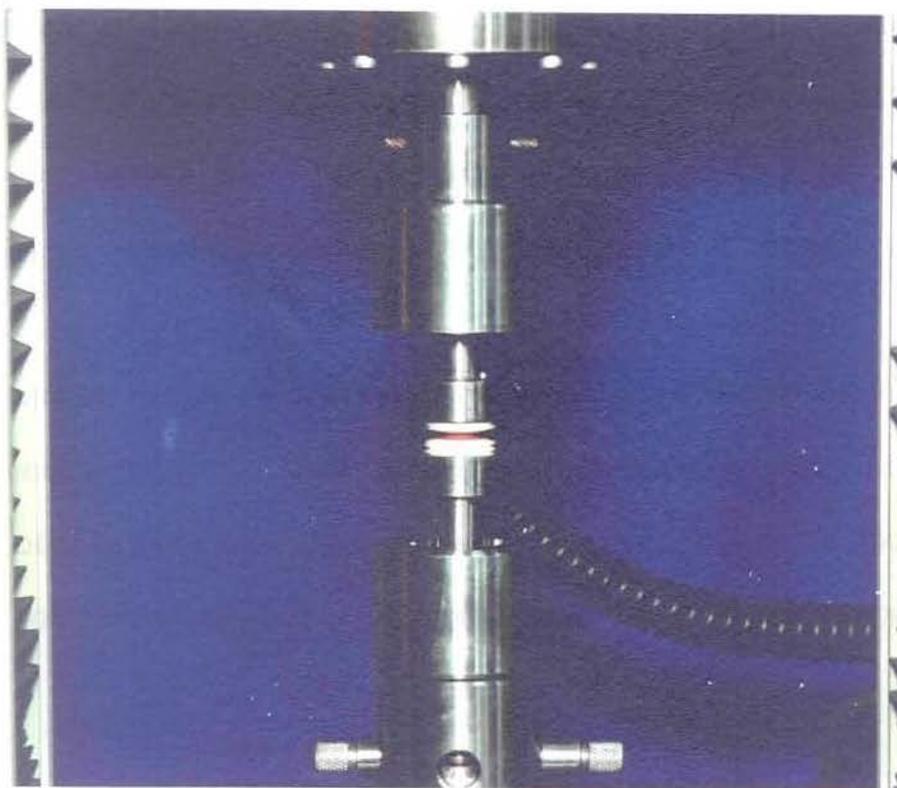


FIGURA 10: Corpo-de-prova montado na matriz e fixadas na maquina de ensaio universal para o ensaio de tração.

Cada corpo de prova foi tracionado individualmente até o rompimento. A resistência de união à tração foi calculada pela seguinte formula:

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

Onde:  $R_t$  é a resistência a tração;  $F$ , a força aplicada; e  $A$ , área de união resina cimentante/porcelana.

Após a realização dos ensaios de tração axial, as superfícies das amostras de porcelana foram examinadas em uma lupa estereoscópica Carl Zeiss (Carl Zeiss do Brasil S.A. ) com 25 aumentos para determinação do padrão de fratura de cada amostra. Assim a fratura foi classificada como coesiva no corpo da porcelana; mista, quando ocorria fraturas adesivas e coesiva no cimento; e, adesiva quando o cimento era deslocado da superfície da cerâmica.

Após o ensaio de tração e da observação em lupa estereoscópica, as partes fraturadas da amostra foram cuidadosamente retiradas do embutimento, limpas em água destilada sob ultra-som. Em seguida, cobertas com ouro-paládio para observação do padrão de fratura em um microscópio eletrônico de varredura Zeiss. (Carl Zeiss Germany) .

**RESULTADOS**

## RESULTADOS

### Ensaio de resistência à tração axial.

Os valores originais obtidos durante os ensaios de tração estão dispostos no apêndice (Tabelas VI a XI).

Os resultados obtidos foram submetidos a análise de variância multifatorial. De acordo com a tabela IV, o fatores tratamento e material apresentaram diferença siginicante ao nível de 5% pelo teste F. Assim, os valores médios foram submetidos ao teste de Tukey e estão apresentados na Tabela V e ilustrados na Figura 11.

TABELA IV: Análise de variância.

CAUSAS DA VARIACÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. > F
MATERIAL	2	69,9097528	34,9548764	14,8802	0,00003
TRATAMEN	1	76,1712865	76,1712865	32,4259	0,00001
MAT * TRA	2	2,5446578	1,2723289	0,5416	0,58943
RESIDUO	78	183,2286482	2,3490852		
TOTAL	83	331,8543453			

MÉDIA GERAL = 5,791309

COEFICIENTE DE VARIACÃO = 26,465 %

TABELA V: Valores médios de resistência a tração dos cimentos resinosos associados ou não à aplicação do silano (MPa)

CIMENTO RESINOSO	SEM APLICAÇÃO DE SILANO	COM APLICAÇÃO DE SILANO
ENFORCE	6,30 (1,86) a A	7,81 (1,48) a B
VARIOLINK II	3,76 (1,29) b A	6,11 (1,71) b B
OPAL	4,46 (1,51) b A	6,31 (1,22) b B

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna diferem ao nível de 5% de significância pelo teste de Tukey.

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas na linha diferem ao nível de 5% de significância pelo teste de Tukey.

( ) Desvio padrão

TABELA VI: Valores médios de resistência a tração com e sem a aplicação do silano (MPa), independente do material usado.

TRATAMENTO SUPERFICIAL	MÉDIAS	5%
Com silano	6.74	a
Sem silano	4.83	b

## Análise microscópica

### Microscopia óptica

Para as amostras do grupo I (cimento *Enforce*) a predominância numérica dos padrões de fratura estão representados nas Figuras 12 e 13. Foi observado que nas amostras que não receberam a aplicação do agente de silanização o padrão de fratura foi predominantemente coesivo no corpo da porcelana. Ocorreram também fraturas do tipo mista e adesiva no cimento. Já as amostras que receberam a aplicação do silano apresentaram padrão de fratura coesivo no corpo da porcelana em todas as amostras.

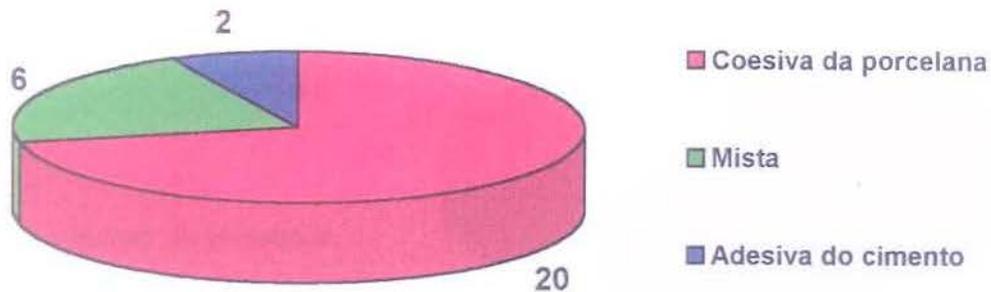


FIGURA 12: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Enforce* sem a aplicação do agente de silanização.

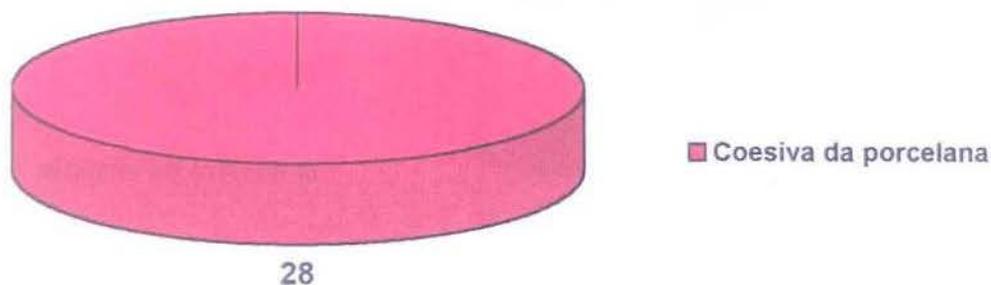


FIGURA 13: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Enforce* com a aplicação do agente de silanização

Os resultados para o cimento Variolink (Grupo II) estão representados nas Figuras 14 e 15, respectivamente. Neste Grupo, amostras que não receberam o silano apresentaram fraturas predominante adesivas e amostras apresentando fraturas mistas. Nas amostras silanizadas o padrão de fratura misto ocorreu em 20 amostras, enquanto que 6 amostras apresentaram fratura coesiva no corpo da porcelana e 2 amostras apresentaram fratura adesiva no cimento

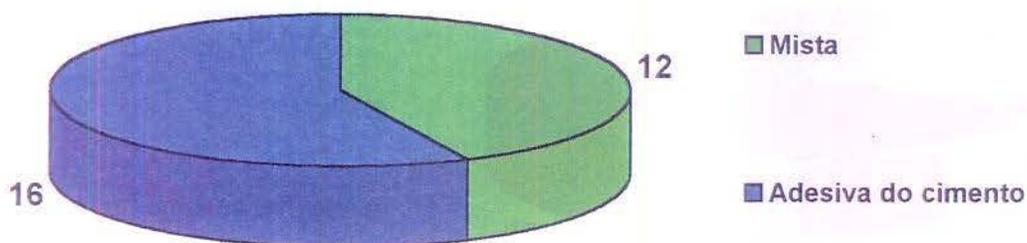


FIGURA 14: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o número de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Variolink II* sem a aplicação do agente de silanização.

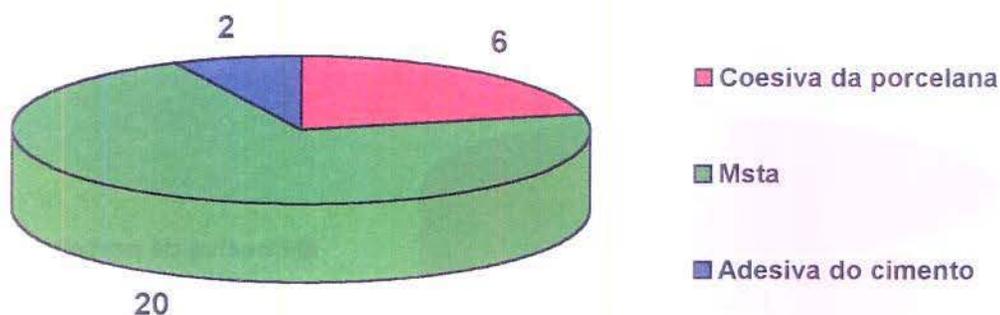


FIGURA 15: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o número de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Variolink II* com a aplicação do agente de silanização.

Os resultados obtidos para o grupo III (cimento *Opal*) estão apresentados nos Figuras 16 e 17. Neste caso, pode-se observar para as amostras que não foram tratadas com silano, que o padrão de fratura foi predominantemente misto (20), com a ocorrência também de fraturas adesivas (8). Quando o silano foi aplicado o padrão de fratura predominante permaneceu misto (18). No entanto, foi observado fraturas coesivas no corpo da porcelana em 10 amostras.

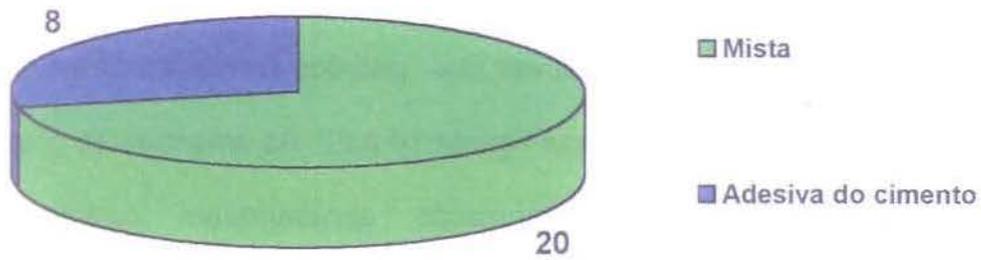


FIGURA 16: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Opal* sem a aplicação do agente de silanização.

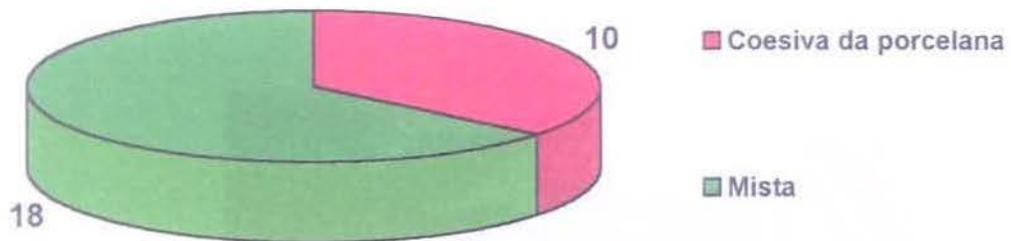
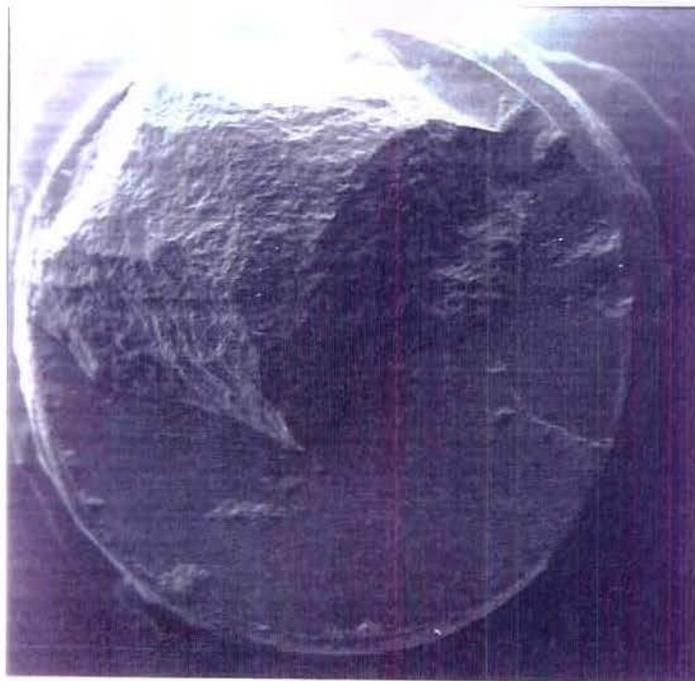


FIGURA 17: Ilustração gráfica dos padrões de fratura relacionados com o numero de amostras de porcelana apresentados pelo cimento *Opal* com a aplicação do agente de silanização.

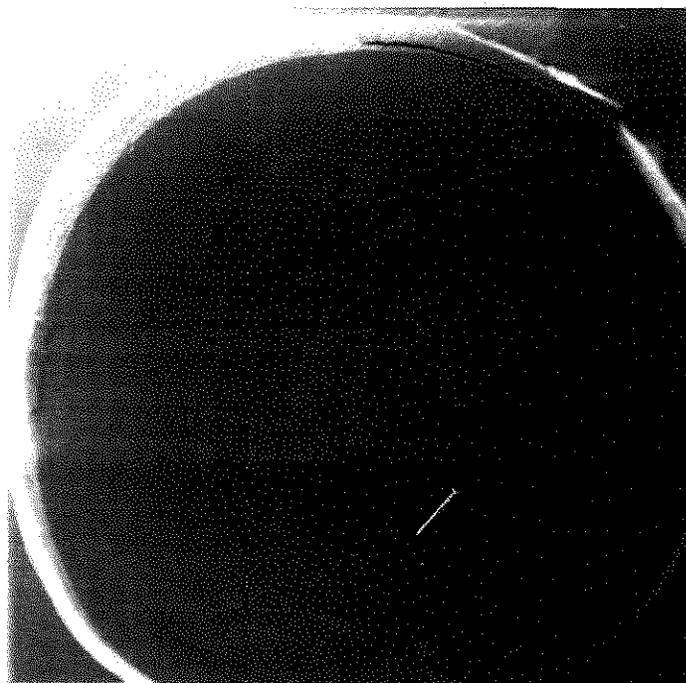
### Microscopia eletrônica de varredura

As fotomicrografias representativas dos padrões de fratura observados após os ensaios de tração axial estão dispostas nas figuras 18 à 22. As amostras do grupo I (cimento *Enforce*) que não receberam a silanização apresentaram padrão de fratura predominantemente coesivo no corpo da porcelana (20), com traços de cimento nas bordas da amostra, caracterizando fraturas mista e adesivas do cimento (Fig. 18). Todas as amostras que receberam a aplicação do silano apresentaram fratura coesiva no corpo da porcelana.

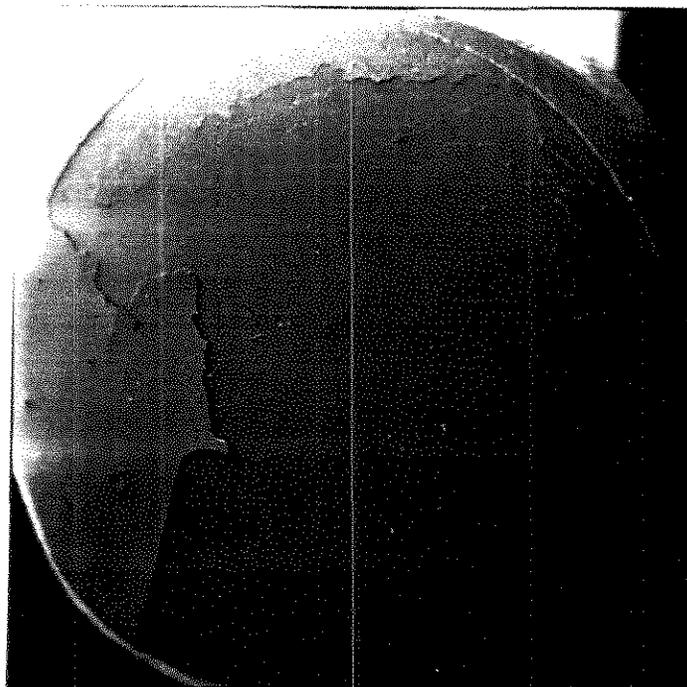


**FIGURA 18:** Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Enforce* (grupo I), sem a aplicação de silano, caracterizando uma predominância de fratura coesiva no corpo da porcelana. Observar também, fraturas mistas e adesivas no cimento (15 x)

As fotomicrografias das amostras do grupo II (cimento *Variolink II*) que não receberam silano apresentaram padrão de fratura predominantemente adesiva do cimento (Fig. 19). No caso das amostras silanizadas, foram observadas fraturas adesivas e coesivas no cimento (mista), conforme figura 20.

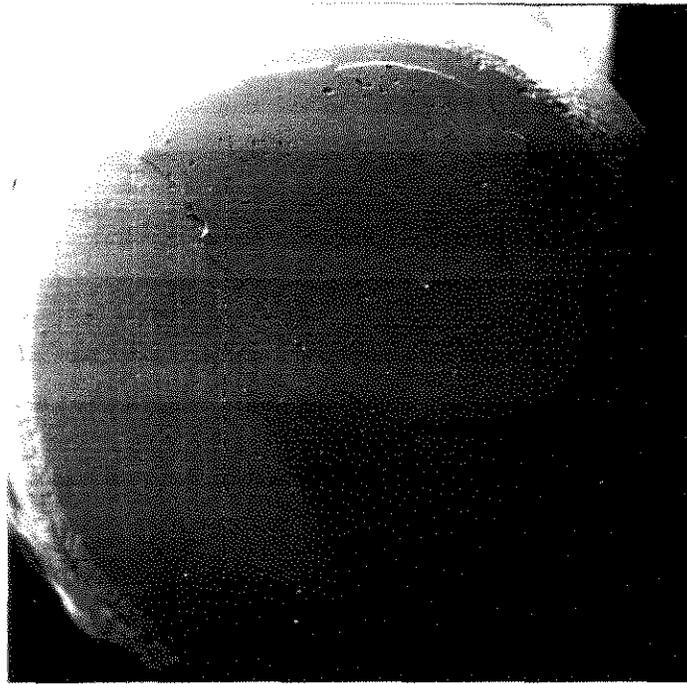


**FIGURA 19:** Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Variolink II* (grupo II), sem a aplicação de silano, caracterizando uma fratura adesiva do agente cimentante. (15 x)

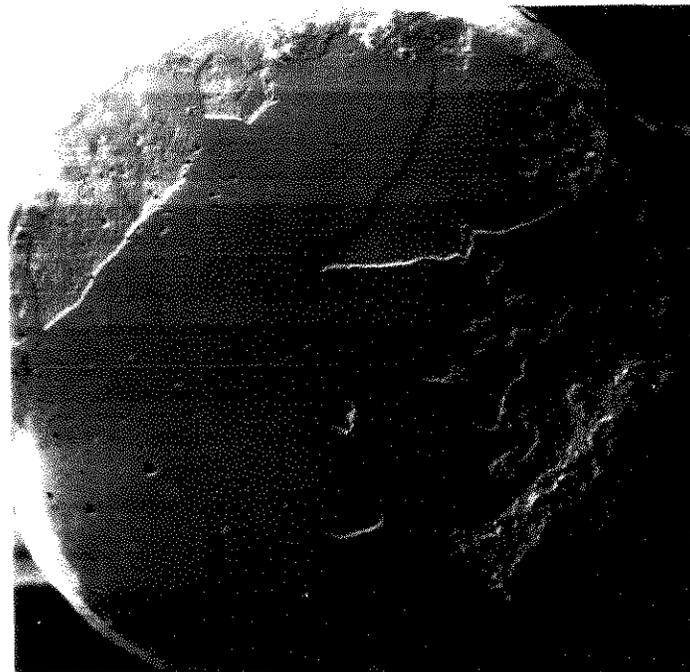


**FIGURA 20:** Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Variolink II* (grupo II), com a aplicação de silano, caracterizando uma fratura mista do agente cimentante (15 x).

A Figura 21 mostrou que as amostras do grupo III (cimento *Opal*) que não receberam o tratamento com silano apresentaram padrões de fratura adesivo e coesivo no cimento. Nas amostras silanizadas, o padrão de fratura predominante foi coesivo e adesivo no cimento (misto), com algumas áreas que apresentaram fratura coesiva no corpo da porcelana (Fig. 22).



**FIGURA 21:** Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Opal* (grupo III), sem a aplicação de silano, apresentando fraturas adesivas e coesivas do agente cimentante. (15 x)



**FIGURA 22:** Aspecto morfológico da superfície na interface fraturada do corpo de prova do cimento *Opal* (grupo III), com a aplicação de silano, caracterizando uma fratura adesiva e coesiva do cimento e fraturas no corpo da porcelana . (15 x)

## ***DISCUSSÃO DOS RESULTADOS***

## DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O procedimento restaurador adesivo tem por objetivo relacionar as propriedades físicas do material à capacidade de união com as estruturas do dente, de tal forma a se aproximar das condições ideais, funcionais e estéticas (DE GOES<sup>7</sup> 1998).

No caso da porcelana é comum o tratamento da superfície interna com ácido fluorídrico antes da associação com o silano, adesivo polimérico e cimento resinoso para otimizar a resistência de união entre a cerâmica e o cimento (ROULET<sup>23</sup> et al., 1995; MOLIN<sup>19</sup> et al., 1996; BROSH<sup>4</sup> et al., 1997). Outros procedimentos técnicos como ataque eletrolítico, jateamento com partículas de óxido de alumínio e silanização, foram desenvolvidos por ASMUSSEN<sup>3</sup> et al. 1993, com intuito de melhorar a compatibilidade de união da superfície de materiais restauradores indiretos com os cimentos resinosos. Com exceção do processo de silanização e ataque eletrolítico, estes outros procedimentos visaram aumentar a rugosidade da superfície interna da porcelana para aumentar a resistência de união com o agente cimentante sem o ácido fluorídrico.

Neste estudo, a superfície dos discos de porcelana foi desgastada com a lixa de granulação 600 seguido por limpeza em água sob ultra-som para produzir a rugosidade na superfície da porcelana. A utilização apenas do sistema adesivo associado ao cimento resinoso, nos três grupos de amostras que não receberam silano, produziram valor médio de 4,84 MPa (Tabela VI) e, independente do tipo de cimento utilizado, o padrão de fratura predominante nestes grupos foi adesivo e coesivo no cimento (tipo misto). ROULET<sup>23</sup> et al. (1995) também relatou baixos valores de resistência de união ao cisalhamento quando a superfície da porcelana foi desgastada com lixas de granulação 600 e apenas associada a cimento resinoso. Entretanto, quando foi associado o silano em combinação com o sistema

adesivo e cimento resinoso, nos três grupos avaliados neste estudo, o valor médio aumentou para 6,74 MPa (Tabela VI). Isto correspondeu a um aumento de 30% no valor de resistência de união. Por disso, o padrão de fratura observado foi predominantemente coesivo no corpo da porcelana. PACHECO<sup>22</sup> em 1995, avaliando a resistência ao cisalhamento da superfície da porcelana condicionada com ácido fluorídrico e associada ao silano, adesivo e cimento resinoso demonstrou um percentual de 40% a mais na resistência de união quando comparado aos valores obtidos em grupos na qual o silano não foi aplicado na superfície da porcelana. A diferença entre o experimento conduzido por PACHECO<sup>22</sup> em 1995 e este estudo está no tipo de ensaio mecânico e na morfologia da superfície da porcelana utilizada. Apesar disso, o aumento percentual nas duas condições experimentais foi semelhante.

Essas semelhanças podem ser atribuídas ao silano aplicado na superfície da porcelana independente da morfologia de superfície. O silano é uma substância monomérica na qual o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e a grupos monovalentes hidrolisáveis. Assim quando é aplicado sobre a superfície da porcelana ocorre uma reação de condensação entre o radical silanol (Si-OH) e a partícula vítrea da porcelana. Quando o cimento resinoso é colocado em contato com a porcelana silanizada, o radical orgânico reage com a resina cimentante para formar uma união resistente (VAN NOORT<sup>25</sup> 1994; HAYAKAWA<sup>12</sup> et al. 1992).

A resistência de união também foi diferente em relação a cada material avaliado. O material *Enforce* apresentou valores de resistência de união estatisticamente diferente em nível de 5% de probabilidade quando comparado com os valores apresentados pelos materiais *Variolink II* e *Opal* nos grupos onde foi aplicado o agente de silanização e nos grupos que não receberam esse tratamento. Também foi observado nos corpos-de-prova onde foi usado o cimento *Enforce*, predominância do padrão de fratura do tipo coesivo no

corpo da porcelana. Isto aconteceu mesmo nos grupos onde a superfície da porcelana não foi tratada pelo silano, embora com menor frequência (Figura 18). Por outro lado, os valores de resistência de união à tração obtidos para o cimento *Variolink II* e *Opal* não diferiram estatisticamente entre si. Nestes grupos, o padrão misto de fratura foi predominante para os dois tipos de cimento onde o agente de silanização foi aplicado (Figuras 20 e 22). Enquanto que nas amostras na qual não foi aplicado silano, os grupos com o cimento *Variolink* apresentou maior número de amostras com padrão de fratura adesiva no cimento e no *Opal*, fratura do tipo mista (Figuras 19 e 21).

Outro fator a ser considerado no desempenho dos três sistemas cimentantes sobre a superfície da porcelana está relacionado a apresentação comercial do silano. O agente de silanização do cimento *Enforce* é o único que é apresentado em dois frascos separados devendo ser misturados imediatamente antes do uso para o processo de hidrólise. Os outros dois sistemas para cimentação trazem o silano armazenado em um único frasco e isto aumenta a possibilidade de uma auto - reação química, de acordo com DE GOES<sup>7</sup> (1998), SÖDERHOLM et al. (1996)<sup>24</sup>.

Os resultados deste estudo mostraram que o agente de silanização desempenha uma função importante na resistência de união à tração do cimento resinoso com a porcelana. Adicionalmente, também ficou evidente que a resistência de união foi mais dependente do agente de união do que da resina usada para cimentação. A evidência disto foi demonstrada pelos maiores valores apresentados pelo cimento *Enforce* que utiliza o sistema de união Prime & Bond 2.1. Este agente adesivo possui características hidrófilas (monômero PENTA) e apresenta maior fluidez. Isto proporciona maior capacidade de umedecimento e penetração do adesivo nas micro-retenções da superfície da porcelana. Por outro lado, o cimento *Variolink II* recomenda a utilização do adesivo Heliobond que possui

como base o monômero hidrófobo Bis-GMA que apresenta característica mais viscosa. Portanto, menor capacidade no processo de umedecimento da superfície da porcelana. Com características intermediárias, está o sistema "Scotchbond Catalistic" que possui na sua composição o monômero hidrófilo HEMA e o Bis-GMA. Assim, por possuir características hidrófilas e menor viscosidade que o Heliobond, o sistema adesivo "Scotchbond Catalistic" proporcionou um número de amostras com padrão de fratura para cimento *Opal* diferente em relação ao cimento *Variolink II* (Figuras 19, 20, 21 e 22), apesar de não apresentarem diferença estatística entre os valores de resistência à tração tanto nos grupos na qual o silano foi aplicado como naquele que não recebeu a aplicação do silano.

Com relação aos cimento resinosos utilizados, o *Enforce*, *Variolink II* e *Opal* apresentam a composição baseada no BIS-GMA e TEGMA, fotoiniciadores e iniciadores químicos, além das partículas inorgânicas. Como a composição básica é muito parecida, o comportamento dos materiais como agentes cimentantes também foi muito semelhante. Isto pode ser verificado observando o tipo de padrão de fratura dos três materiais. Em nenhum dos grupos ocorreu apenas fratura coesiva do cimento resinoso (Figuras 17,18,19,20,21 e 22).

Desta forma, é possível argumentar a possibilidade de não considerar a aplicação do condicionamento ácido da superfície da porcelana para produzir uma resistência de união efetiva. A criação de uma condição morfológica de superfície apenas pelo desgaste com lixas de granulação 600 associado a aplicação do agente de silanização e um agente adesivo hidrófilo e com alta fluidez foi capaz de produzir altos valores de resistência à tração. Os valores reais de resistência de união, muitas vezes, são impossíveis de serem mensurados em função da ocorrência da fratura coesiva do corpo da porcelana antes do rompimento da interface de união como ocorreu em todas as amostras dos grupos em que foi usado o

cimento *Enforce*. Este fato praticamente coloca esta condição morfológica de superfície em igualdade com a situação produzida pelo condicionamento ácido na superfície da porcelana.

Estudos prévios de HAYAKAWA<sup>12</sup> et al. (1992), OZDEN<sup>21</sup> et al.(1994), AIDA<sup>1</sup> et al(1995) e KAMADA<sup>13</sup> et al.(1998), relataram resultados que foram confirmados por este estudo. Todos esses autores também demonstraram altos valores de resistência de união entre o cimento e a superfície da porcelana desgasta por lixas de granulação 600 ou 1000 quando foi utilizado o silano antes do adesivo e cimento resinoso.

Assim, embora YEN<sup>26</sup> et al. (1993) afirmaram que o condicionamento com ácido fluorídrico em concentrações entre 20 e 40% da superfície da porcelana a ser cimentada seja rotina em laboratório, CARVALHO<sup>6</sup> 1997 relatou que este procedimento afetou adversamente a resistência da porcelana pela remoção das fases vítrea e cristalina. Deve-se considerar ainda, o poder altamente tóxico do ácido fluorídrico que expõe o Cirurgião-Dentista ou técnico em prótese e o paciente à sua ação corrosiva durante o procedimento de manipulação.

**CONCLUSÃO**

## CONCLUSÃO

Tendo por base os resultados obtidos em nossa pesquisa podemos concluir que:

1. Os valores médios de resistência à tração obtidos para os corpos-de-prova tratados com o agente de silanização foram estatisticamente superiores ( $p < 0,05$ ) aos grupos de corpos-de-prova que não receberam o tratamento independente do sistema resinoso.
2. Os valores médios de resistência á tração obtidos para o grupo I (*Enforce*) foram estatisticamente superiores à aqueles obtidos para os grupos II (*Variolink*) e III (*OpaI*) que não apresentaram diferença estatística significativa entre si ( $P > 0,05$ ).
3. O padrão de fratura apresentado pelos corpos-de-prova do grupo I (*Enforce*) foi predominantemente coesivo no corpo da porcelana mesmo nos corpos-de-prova que não foram tratados com o silano. Para o material *Variolink II* (Grupo II), a maioria das amostras que não receberam silano, apresentou padrão de fratura adesivo e o padrão misto (adesivo e coesivo no cimento) foi observado nas amostras silanizadas. No grupo III (*OpaI*), o padrão de fratura misto foi predominante para as amostras que receberam ou não à aplicação do silano.

***BIBLIOGRAFIA***

**BIBLIOGRAFIA\***

1. AIDA M., HAYAKAWA T., MIZUKAWA K., Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J. prosth. Dent.*, Saint Louis, v. 73, n. 5, p. 464 – 470, 1995.
2. ASMUSSEN E., ATTAL J., DEGRANGE M., Adherence of resin-based luting agents assessed by the energy of fracture. *Acta Odontol Scand*, Oslo, v. 51, p. 235 – 240, 1993.
3. BARKMEIER W.W., SHAFER S.E., GWINNETT A.J. Effects of 15 vs 60 seconds enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Operative Dent.*, Seattle, v. 11, p. 111 – 116, 1986.
4. BROSH T. et al., Effect of combinations os surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J. prosth. Dent.*, Saint Louis, v. 77, n. 2, p. 122 – 126, 1997.
5. BUONOCORE, M. G. Simple method of increasing the adheson of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. dent. Res.*, Washington, v. 34, p. 849 – 853, 1955.

---

\* De acordo com a NBR-6023, de Agosto de 1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).  
Abreviaturas dos periódicos em conformidade com o "Word List of Scientific Periodicals"

6. CARVALHO, C. M. L. Resistência a tração da porcelana sob influência de materiais cimentantes. Piracicaba, 1997 97 p. [ Tese de mestrado – Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP].
7. DE GOES, Cimentos resinosos. In: BARATIERI L. N., CHAIN M., Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores. **EAP – APCD**, São Paulo: Artes Médicas, 1988; cap.12 , p.169 – 176.
8. DELLA BONA A., VAN NOORT R., Shear vs. Tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J. dent. Res.**, Washington, v. 74, n. 9, p. 1591 - 1596, 1995.
9. FUSAYAMA T., et al. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J. dent. Res.**, Washington, v. 58, n. 4, p. 1364 – 1370 , 1979.
10. GIORDANO R., CIMA M., POBER R., Effect of surface finish on the flexural strength of feldspathic and aluminous dental ceramic. **Int J Prosthodont** , Lombard, v. 8, p. 311 – 319, 1995.
11. GWINNETT A. J., MATSUI A., A study of enamel adhesives. **Archs. Oral Biol.** , Ney York, , v.12, p. 1615 – 1620, 1967.

12. HAYAKAVA T. et al. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater.*, Washington, v. 8, p. 238 – 240, 1992.
13. KAMADA K., YOSHIDA K., ATSUTA M., Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. *J. prosth. Dent.* , Saint Louis, v. 79, p. 508 - 513, 1998.
14. KATO H., et al., Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J. prosth. Dent.* , Saint Louis, v. 75, p. 163 – 168, 1996.
15. KELLY J. R., Perspectives on strength. *Dent Mater.*, Washington, v. 11, p. 103 – 110, 1995.
16. KITASAKO, Y., et al., Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater.*, Washington, v. 11, p. 298 – 304, 1995.
17. MIYAZAKI M., et al., Influence of light irradiation of dentine primers on dentine – resin bond. *J. dent. Res.*, Washington, v. 23, p. 371 - 374 , 1995.
18. MOHSEN N. M., CRAIG R. G., Effect of silanation of fillers on their dispersability by monomers systems. *J oral Rehabil.*, Oxford, v. 22, p. 183 – 189, 1995.

19. MOLIN M.K., KARLSSON S.L., KIRSTIANSEN M. S., Influence of film thickness on joint bend strength of a ceramic / resin composite joint. ***Dent Mater.***, Washington, v. 12, p. 245 - 249, 1996.
20. NAKABAYASHI, N. Adhesive bonding with 4-META. ***Operative Dent.***, Seattle, v.5, p. 125 – 130, 1992. [Suplement, 5].
21. OZDEN A. N., AKALTAN F., CAN G., Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. ***J. prosth. Dent.***, Saint Louis, v. 72, p. 85-88, 1994.
22. PACHECO J. F. M. Influência do condicionamento e da aplicação de silano na resistência ao cisalhamento da união porcelana – resina composta. Piracicaba, 1995 [ Tese de mestrado – Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP].
23. ROULET J. F., SODERHOLM 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 , 1995.
24. SÖDERHOLM K. M., REETZ E. A., Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. ***Gen. Dentistry***, Chicago, v. 44, n. 4, p. 296 – 302, 1996

25. Van NOORT R., Principles of adhesion. In: *Introduction to dental materials.*, London, Mosby, 1994, cap. X, p. 70 – 71.
  
26. YEN T.W., BLACKMAN R.B., BAES R.J., Effect of acid etching on the flexural strength of a felspatic porcelain and castable glass ceramic. *J. prosth. Dent.* , Saint Louis, v. 70, p. 224 – 233, 1993.

**APÊNDICE**

## APÊNDICE

TABELA VII: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Enforce* sem silano.

Amostras	Kgf	diâmetro em mm	diâmetro em cm	raio em cm	( $\pi \times r^2$ ) área	0,09807 Kg F / cm <sup>2</sup>	MPa
1	19,36	6	0,6	0,3	0,28	68,47	6,72
2	9,81	6	0,6	0,3	0,28	34,70	3,40
3	21,12	6	0,6	0,3	0,28	74,70	7,33
4	28,04	6	0,6	0,3	0,28	99,17	9,73
5	15,72	6	0,6	0,3	0,28	55,60	5,45
6	13,14	6	0,6	0,3	0,28	46,47	4,56
7	9,68	6	0,6	0,3	0,28	34,24	3,36
8	21,5	6	0,6	0,3	0,28	76,04	7,46
9	22,02	6	0,6	0,3	0,28	77,88	7,64
10	20,42	6	0,6	0,3	0,28	72,22	7,08
11	13,27	6	0,6	0,3	0,28	46,93	4,60
12	16,11	6	0,6	0,3	0,28	56,98	5,59
13	23,35	6	0,6	0,3	0,28	82,58	8,10
14	20,82	6	0,6	0,3	0,28	73,64	7,22
Média	18,17					64,26	6,30

TABELA VIII: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Enforce* com silano.

Amostras	Kgf	diâmetro em mm	diâmetro em cm	raio em cm	( $\pi \times r^2$ ) área	0,09807 Kg F / cm <sup>2</sup>	MPa
1	23,42	6	0,6	0,3	0,28	82,83	8,12
2	22,01	6	0,6	0,3	0,28	77,84	7,63
3	17,04	6	0,6	0,3	0,28	60,27	5,91
4	21,08	6	0,6	0,3	0,28	74,56	7,31
5	23,33	6	0,6	0,3	0,28	82,51	8,09
6	33,96	6	0,6	0,3	0,28	120,11	11,78
7	20,08	6	0,6	0,3	0,28	71,02	6,96
8	23,81	6	0,6	0,3	0,28	84,21	8,26
9	24,04	6	0,6	0,3	0,28	85,02	8,34
10	19,16	6	0,6	0,3	0,28	67,76	6,65
11	20,54	6	0,6	0,3	0,28	72,65	7,12
12	19,65	6	0,6	0,3	0,28	69,50	6,82
13	19,07	6	0,6	0,3	0,28	67,45	6,61
14	27,97	6	0,6	0,3	0,28	98,92	9,70
Média	22,51					79,62	7,81

TABELA IX: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Variolink II* sem silano.

					( $\pi \times r^2$ )	0,09807	
<b>Amos tras</b>	<b>Kgf</b>	<b>diâmetro em mm</b>	<b>diâmetro em cm</b>	<b>raio em cm</b>	<b>área</b>	<b>Kg F / cm<sup>2</sup></b>	<b>MPa</b>
1	18,03	6	0,6	0,3	0,28	63,77	6,25
2	8,16	6	0,6	0,3	0,28	28,86	2,83
3	6,97	6	0,6	0,3	0,28	24,65	2,42
4	13,65	6	0,6	0,3	0,28	48,28	4,73
5	7,27	6	0,6	0,3	0,28	25,71	2,52
6	6,23	6	0,6	0,3	0,28	22,03	2,16
7	8,04	6	0,6	0,3	0,28	28,44	2,79
8	8,93	6	0,6	0,3	0,28	31,58	3,10
9	15,54	6	0,6	0,3	0,28	54,96	5,39
10	16,05	6	0,6	0,3	0,28	56,77	5,57
11	11,99	6	0,6	0,3	0,28	42,41	4,16
12	10,97	6	0,6	0,3	0,28	38,80	3,80
13	9,05	6	0,6	0,3	0,28	32,01	3,14
14	10,82	6	0,6	0,3	0,28	38,27	3,75
Média	10,84					38,32	3,76

TABELA X: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Variolink II* com silano.

					( $\pi \times r^2$ )	0,09807	
<b>Amos tras</b>	<b>kgf</b>	<b>diâmetro em mm</b>	<b>diâmetro em cm</b>	<b>raio em cm</b>	<b>área</b>	<b>Kg F / cm<sup>2</sup></b>	<b>MPa</b>
1	19,17	6	0,6	0,3	0,28	67,80	6,65
2	26,39	6	0,6	0,3	0,28	93,34	9,15
3	13,01	6	0,6	0,3	0,28	46,01	4,51
4	18,58	6	0,6	0,3	0,28	65,71	6,44
5	17,94	6	0,6	0,3	0,28	63,45	6,22
6	18,55	6	0,6	0,3	0,28	65,61	6,43
7	6,56	6	0,6	0,3	0,28	23,20	2,28
8	21,14	6	0,6	0,3	0,28	74,77	7,33
9	20,74	6	0,6	0,3	0,28	73,35	7,19
10	22,78	6	0,6	0,3	0,28	80,57	7,90
11	13,88	6	0,6	0,3	0,28	49,09	4,81
12	16,22	6	0,6	0,3	0,28	57,37	5,63
13	19,23	6	0,6	0,3	0,28	68,01	6,67
14	12,52	6	0,6	0,3	0,28	44,28	4,34
Média	17,62					62,33	6,11

TABELA XI: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Opal* sem silano.

Amostras	kgf	diâmetro em mm	diâmetro em cm	raio em cm	$(\pi \times r^2)$ área	0,09807 Kg F / cm <sup>2</sup>	MPa
1	3,93	6	0,6	0,3	0,28	13,90	1,36
2	17,48	6	0,6	0,3	0,28	61,82	6,06
3	17,64	6	0,6	0,3	0,28	62,39	6,12
4	11,52	6	0,6	0,3	0,28	40,74	4,00
5	12,72	6	0,6	0,3	0,28	44,99	4,41
6	13,56	6	0,6	0,3	0,28	47,96	4,70
7	6,89	6	0,6	0,3	0,28	24,37	2,39
8	8,41	6	0,6	0,3	0,28	29,74	2,92
9	18,1	6	0,6	0,3	0,28	64,02	6,28
10	10,6	6	0,6	0,3	0,28	37,49	3,68
11	14,79	6	0,6	0,3	0,28	52,31	5,13
12	11,7	6	0,6	0,3	0,28	41,38	4,06
13	14,56	6	0,6	0,3	0,28	51,50	5,05
14	17,97	6	0,6	0,3	0,28	63,56	6,23
Média	12,85					45,44	4,46

TABELA XII: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Opal* com silano.

Amostras	kgf	diâmetro em mm	diâmetro em cm	raio em cm	$(\pi \times r^2)$ área	0,09807 Kg F / cm <sup>2</sup>	MPa
1	22,43	6	0,6	0,3	0,28	79,33	7,78
2	18,31	6	0,6	0,3	0,28	64,76	6,35
3	18,89	6	0,6	0,3	0,28	66,81	6,55
4	20,71	6	0,6	0,3	0,28	73,25	7,18
5	19,36	6	0,6	0,3	0,28	68,47	6,72
6	18,21	6	0,6	0,3	0,28	64,40	6,32
7	9,09	6	0,6	0,3	0,28	32,15	3,15
8	19,66	6	0,6	0,3	0,28	69,53	6,82
9	23,5	6	0,6	0,3	0,28	83,11	8,15
10	17,79	6	0,6	0,3	0,28	62,92	6,17
11	15,93	6	0,6	0,3	0,28	56,34	5,53
12	14,62	6	0,6	0,3	0,28	51,71	5,07
13	19,7	6	0,6	0,3	0,28	69,67	6,83
14	16,62	6	0,6	0,3	0,28	58,78	5,76
Média	18,20					64,37	6,31

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - IAC  
 ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES	
FATOR	NOME
A	MATERIAL
B	TRATAMEN

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSAS DA VARIÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. > F
MATERIAL	2	69.9097528	34.9548764	14.8802	0.00003
TRATAMEN	1	76.1712865	76.1712865	32.4259	0.00001
MAT * TRA	2	2.5446578	1.2723289	0.5416	0.58943
RESIDUO	78	183.2286482	2.3490852		
TOTAL	83	331.8543453			

MÉDIA GERAL = 5.791309

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 26.465 %

## TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	<i>ENFORCE</i>	28	7.055000	7.055000	a	A
2	3	<i>OPAL</i>	28	5.384643	5.384643	b	B
3	2	<i>VARIOLINK</i>	28	4.934285	4.934285	b	B

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 0.97959

D.M.S. 1% = 1.22927

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL  
DENTRO DE SEM SILANO DO FATOR TRATAMENTO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	<i>ENFORCE</i>	14	6.302857	6.302857	a	A
2	3	<i>OPAL</i>	14	4.456429	4.456429	b	B
3	2	<i>VARIOLINK</i>	14	3.757857	3.757857	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL  
DENTRO DE COM SILANO DO FATOR TRATAMENTO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	<i>ENFORCE</i>	14	7.807143	7.807143	a	A
2	3	<i>OPAL</i>	14	6.312857	6.312857	b	A
3	2	<i>VARIOLINK</i>	14	6.110713	6.110713	b	A

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 1.38535

D.M.S. 1% = 1.73844

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TRATAMENTO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	COM SIL.	42	6.743571	6.743571	a	A
2	1	SEM SIL.	42	4.839048	4.839048	b	B

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 0.66609

- D.M.S. 1% = 0.88284

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TRATAMENTO  
DENTRO DE *ENFORCE* E DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	COM SIL.	14	7.807143	7.807143	a	A
2	1	SEM SIL.	14	6.302857	6.302857	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TRATAMENTO  
DENTRO DE *VARIOLINK* E DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	COM SIL.	14	6.110713	6.110713	a	A
2	1	SEM SIL.	14	3.757857	3.757857	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TRATAMENTO  
DENTRO DE *OPAL* E DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	COM SIL.	14	6.312857	6.312857	a	A
2	1	SEM SIL.	14	4.456429	4.456429	b	B

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 1.15371

- D.M.S. 1% = 1.52913

**SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA**  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - I A C  
**ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES**

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *ENFORCE* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL SEM SILANO DO FATOR  
TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS.	14
VALOR MIN.	3.360000
VALOR MAX.	9.730000
AMPLITUDE	6.370000
TOTAL	88.239998
MÉDIA	6.302857
VARIÂNCIA	3.464299
D. PADRÃO	1.861263
D. P. MÉDIA	0.497443
COEF. VAR. %	29.530462
COEF. ASSIM.	-0.108544
COEF. CURT.	2.208966
MEDIANA	6.900000
QUATRIL INF.	4.600000
QUATRIL SUP.	7.460000
IC 5% L.S.	7.377335
IC 5% L.I.	5.228379
IC 1% L.S.	7.800161
IC 1% L.I.	4.805553

**SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA**  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - I A C  
**ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES**

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *ENFORCE* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL COM SILANO DO FATOR TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS.	14
VALOR MIN.	5.910000
VALOR MAX.	11.780000
AMPLITUDE	5.870000
TOTAL	109.300003
MÉDIA	7.807143
VARIÂNCIA	2.219036
D. PADRÃO	1.489643
D. P. MÉDIA	0.398124
COEF. VAR. %	19.080513
COEF. ASSIM.	1.392669
COEF. CURT.	4.721441
MEDIANA	7.470000
QUATRIL INF.	6.820000
QUATRIL SUP.	8.260000
IC 5% L.S.	8.667090
IC 5% L.I.	6.947195
IC 1% L.S.	9.005495
IC 1% L.I.	6.608790

**SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA**  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - IAC  
**ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES**

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *VARIOLINK II* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL SEM SILANO DO FATOR TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS.	14
VALOR MIN.	2.160000
VALOR MAX.	6.250000
AMPLITUDE	4.090000
TOTAL	52.610001
MÉDIA	3.757857
VARIÂNCIA	1.673434
D. PADRÃO	1.293613
D. P. MÉDIA	0.345733
COEF. VAR. %	34.424210
COEF. ASSIM.	0.596044
COEF. CURT.	2.111988
MEDIANA	3.445000
QUATRIL INF.	2.790000
QUATRIL SUP.	4.730000
IC 5% L.S.	4.504639
IC 5% L.I.	3.011075
IC 1% L.S.	4.798512
IC 1% L.I.	2.717202

**SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA**  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - I A C  
**ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES**

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *VARIOLINK II* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL COM SILANO DO FATOR TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS.	14
VALOR MIN.	2.280000
VALOR MAX.	9.150000
AMPLITUDE	6.870000
TOTAL	85.550003
MÉDIA	6.110714
VARIÂNCIA	2.939330
D. PADRÃO	1.714447
D. P. MÉDIA	0.458205
COEF. VAR. %	28.056414
COEF. ASSIM.	-0.489546
COEF. CURT.	3.202493
MEDIANA	6.435000
QUATRIL INF.	4.810000
QUATRIL SUP.	7.190000
IC 5% L.S.	7.100438
IC 5% L.I.	5.120991
IC 1% L.S.	7.489913
IC 1% L.I.	4.731516

**SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA**  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - I A C  
**ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES**

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *OPAL* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL SEM SILANO DO FATOR  
TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS.	14
VALOR MIN.	1.360000
VALOR MAX.	6.280000
AMPLITUDE	4.920000
TOTAL	62.389999
MÉDIA	4.456429
VARIÂNCIA	2.297256
D. PADRÃO	1.515670
D. P. MÉDIA	0.405080
COEF. VAR. %	34.010868
COEF. ASSIM.	-0.501284
COEF. CURT.	2.381626
MEDIANA	4.555000
QUATRIL INF.	3.680000
QUATRIL SUP.	6.060000
IC 5% L.S.	5.331401
IC 5% L.I.	3.581456
IC 1% L.S.	5.675719
IC 1% L.I.	3.237138

**SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA**  
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado  
 Instituto Agronômico de Campinas - IAC  
**ANÁLISE DA VARIÁVEL TESTE – ARQUIVO: CHAVES**

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *OPAL* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL COM SILANO DO FATOR  
TRATAMENTO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS.	14
VALOR MIN.	3.150000
VALOR MAX.	8.150000
AMPLITUDE	5.000000
TOTAL	88.379997
MÉDIA	6.312857
VARIÂNCIA	1.501145
D. PADRÃO	1.225212
D. P. MÉDIA	0.327452
COEF. VAR. %	19.408203
COEF. ASSIM.	-0.035214
COEF. CURT.	4.399907
MEDIANA	6.450000
QUATRIL INF.	5.760000
QUATRIL SUP.	6.830000
IC 5% L.S.	7.020153
IC 5% L.I.	5.605561
IC 1% L.S.	7.298487
IC 1% L.I.	5.327288