

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA  
CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PPG – MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

**JOÃO PAULO DA SILVA SUDRÉ**

**EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS ÁCIDOS NA RUGOSIDADE  
SUPERFICIAL E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA  
CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO**

Juiz de Fora

2015

**JOÃO PAULO DA SILVA SUDRÉ**

**EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS ÁCIDOS NA RUGOSIDADE  
SUPERFICIAL E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA  
CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO**

Dissertação apresentada ao PPG –  
Mestrado em Clínica Odontológica da  
Faculdade de Odontologia da  
Universidade Federal de Juiz de Fora,  
como parte dos requisitos para obtenção  
do título de Mestre. Área de concentração:  
Clínica Odontológica.

**Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Neuza Maria Souza Picorelli Assis**

**Co-orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Luciana Andrea Salvio**

Juiz de Fora

2015

SUDRÉ, J. P. S. Efeito de diferentes tratamentos ácidos na rugosidade superficial e na resistência de união da cerâmica de dissilicato de lítio. Juiz de Fora (MG), 2015. 70f. Dissertação (Programa de Pós-graduação – Mestrado em Clínica Odontológica) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

**JOÃO PAULO DA SILVA SUDRÉ**

**EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS ÁCIDOS NA RUGOSIDADE  
SUPERFICIAL E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA  
CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO**

Dissertação apresentada ao PPG –  
Mestrado em Clínica Odontológica da  
Faculdade de Odontologia da  
Universidade Federal de Juiz de Fora,  
como parte dos requisitos para obtenção  
do grau de Mestre em Clínica  
Odontológica.

Aprovada em \_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 2015, pela Banca Examinadora composta por:

---

Prof<sup>a</sup>. Neuza Maria Souza Picorelli Assis (Orientadora)  
Doutora – UFJF

---

Prof<sup>a</sup>. Luciana Andrea Salvio (Co-orientadora)  
Doutora – UFJF

---

Prof<sup>a</sup>. Cleide Gisele Ribeiro  
Doutora – SUPREMA

Esta dissertação é dedicada à minha esposa Juliana, pelo amor, carinho e amizade. Por ter me incentivado a continuar nos momentos de fraqueza, por ter me levantado diante das derrotas, por estar incondicionalmente ao meu lado e, principalmente, por ser meu porto seguro, meu pilar de sustentação, minha vida.

À minha filha Ana Luiza, razão do meu viver.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, fonte de sabedoria, perseverança, saúde e oportunidades. Obrigado pela vida Senhor!

Aos meus pais João e Therezinha, que sempre foram a minha estrutura e minha fortaleza. Obrigado por terem sabido desenvolver em mim a força de vontade para me aperfeiçoar e me profissionalizar sempre, e cada vez mais.

Aos meus familiares, por sempre acreditarem na minha capacidade, por me incentivarem, pelo carinho e atenção.

À minha orientadora, Professora Doutora Maria Neuza Maria Souza Picorelli Assis, por seu trabalho e dedicação nesses dois anos de convívio. Obrigado pelo seu tempo, sua dedicação, sua ética e respeito, por dividir comigo um pouco de sua grande experiência, pela sua paciência em ensinar, orientar e corrigir.

À minha co-orientadora, Professora Doutora Luciana Andrea Salvio, por todos seus ensinamentos, pela sua contribuição fundamental à minha formação e, principalmente pela amizade, carinho, respeito e dedicação. Você é uma mestra que faz a diferença!

Ao Professor Doutor Bruno Sales Sotto-Maior, por toda ajuda, por todas as dicas, pela sua amizade e pelas vezes em que abdicou de outras atividades para poder me ajudar na minha pesquisa. Seu conhecimento, dedicação e amizade jamais serão esquecidos!

Aos Professores Doutores Cleide Gisele Ribeiro (SUPREMA) e Doutor Gilberto Antônio Borges (UNIUBE), pelo aceite em participar da banca de qualificação desta dissertação.

Ao grande amigo Professor Mestre Cláudio Luiz Melo-Silva (UNIFOA), pela dedicação, atenção pela sua amizade abdicando de suas atividades para poder me ajudar nessa pesquisa sempre que lhe foi solicitado.

Aos Professores do Mestrado, agradeço não apenas pelos ensinamentos transmitidos, mas também por terem me recebido sempre com tanto carinho e me ajudado de tantas formas. A vocês, minha admiração e respeito.

Ao coordenador do PPG - Mestrado em Clínica Odontológica, Professor Doutor Antônio Márcio Resende do Carmo, pela paciência, dedicação ao ensino e à pesquisa científica e por dividir seus conhecimentos e experiências com o objetivo de nos tornar melhores profissionais, professores e pesquisadores.

À Professora Doutora Maria das Graças Afonso Miranda Chaves, pelo incentivo e pela motivação, que muitas vezes foram fundamentais para que eu não me deixasse abater e para que eu mantivesse a coragem e a vontade de continuar. Você é um exemplo a ser seguido!

À Vanessa e Letícia, secretárias do PPG - Mestrado em Clínica Odontológica, por serem sempre tão atenciosas, pacientes e solícitas comigo.

Aos colegas do Mestrado, pela importância nestes dois últimos anos. Obrigado pela amizade, pelo carinho, companheirismo, cumplicidade e, principalmente, pela força nos momentos difíceis.

"O período de maior ganho em conhecimento e experiência é o período mais difícil da vida de alguém".

(Dalai Lama)



SUDRÉ, J. P. S. **Efeito de diferentes tratamentos ácidos na rugosidade superficial e na resistência de união da cerâmica de dissilicato de lítio.** Juiz de Fora (MG), 2015. 70f. Dissertação (Programa de Pós-graduação – Mestrado em Clínica Odontológica) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos ácidos, variação da concentração e do tempo de exposição aos ácidos, hidrófluorídrico (HF) e fosfórico ( $H_3PO_4$ ), sobre a rugosidade superficial e resistência de união de uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio cimentada com um cimento resinoso autoadesivo. Cem pastilhas da cerâmica IPS e.max Press<sup>®</sup> medindo 2 x 7 mm foram divididas em dez grupos de acordo com o tratamento de superfície (n=10): G1, controle, ou seja, sem tratamento; G2, G3 e G4 condicionamento com HF 5% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente; G5, G6 e G7, condicionamento com HF 10% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente; G8, G9 e G10 condicionamento com HF a 10% por 20, 40 e 60 segundos respectivamente e, posteriormente, condicionamento com ácido fosfórico 37% por 5 segundos. A análise da rugosidade superficial foi feita em microscópio ótico confocal. As pastilhas representativas de cada grupo foram selecionadas e metalizadas para análise da morfologia superficial em microscopia eletrônica de varredura e em microscópio de força atômica. Para a análise de resistência de união ao microcissalhamento, sobre as superfícies devidamente tratadas, foi aplicado o silano RelyX Ceramic Primer<sup>®</sup> e aguardou-se 1 minuto para que se realizasse a cimentação. Foram cimentados três cilindros em cada pastilha com o cimento resinoso RelyX<sup>™</sup> U200, e fotopolimerizados por 60 segundos cada. Os corpos de prova foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24 horas (n=30). Terminado esse tempo, os corpos de prova foram submetidos ao teste de microcissalhamento em uma máquina de ensaios universal Emic DL 2000<sup>®</sup> com velocidade de 1 mm/minuto até que ocorresse a fratura. Os valores médios de ambos os testes foram submetidos à análise estatística ANOVA dois fatores e as médias comparadas pelo teste de Tukey com 5% de significância. Todas as superfícies fraturadas foram levadas ao estereomicroscópio com aumento de 50 vezes para verificar o padrão de falha ocorrido e alguns corpos de prova após a fratura, foram aleatoriamente escolhidos para representar cada tipo de falha, foram metalizados e levados ao microscópio eletrônico de varredura para caracterização da superfície. A maior rugosidade superficial foi obtida pelo grupo G6 ( $2,05 \pm 0,107$ ) sendo superior estatisticamente aos demais. Já a menor rugosidade foi obtida pelo grupo controle G1 ( $0,567 \pm 0,057$ ) e inferior estatisticamente aos demais. Os grupos G7 ( $1,785 \pm 0,037$ ); G3 ( $1,608 \pm 0,03$ ); G10 ( $1,551 \pm 0,046$ ); G9 ( $1,449 \pm 0,047$ ); G5 ( $1,443 \pm 0,06$ ); G4 ( $1,422 \pm 0,103$ ); G8 ( $1,339 \pm 0,036$ ) e G2 ( $1,283 \pm 0,059$ ) apresentaram valores intermediários de rugosidade. Dentre estes grupos, o G3 ( $22,75 \pm 1,97$ MPa) foi o que apresentou a maior média de resistência da união com falhas do tipo mista. Por outro lado, o G1 ( $5,25 \pm 1,29$ MPa) apresentou o menor valor médio de resistência da união com predominância de falhas adesivas. Assim, conclui-se que a concentração do ácido e o tempo influenciaram na rugosidade superficial, sendo maior para o

condicionamento com ácido HF a 10%. Para a resistência da união, o tempo de condicionamento e a interação deste com a concentração dos ácidos influenciou de forma significativa; sendo que o ácido HF de menor concentração, 5% por 40 segundos, foi o que apresentou maiores valores.

**Palavras-chave:** Porcelana dentária. Ácido hidrofluorídrico. Tratamento de superfície. Cimentação. Resistência de união.

SUDRÉ, J. P. S. **Effect of different acid treatments in the surface roughness and the bond strength of lithium disilicate ceramic.** Juiz de Fora (MG), 2015. 70p. Dissertation (Graduate Program - Master of Dental Practice) – Dentistry School, Universidade Federal de Juiz de Fora.

## ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of different acid treatments, the concentration variation and the time of exposure to hydrofluoric (HF) and phosphoric acids ( $H_3PO_4$ ) on the surface roughness and bond strength of a glass-ceramic reinforced by cement lithium disilicate with a self-adhesive resin cement. One hundred tablets of the IPS e.max Press<sup>®</sup> ceramic measuring 2 x 7 mm were divided into ten groups according to the surface treatment (n = 10): G1, control, or untreated; G2, G3 and G4 etching with 5% hydrofluoric acid for 20, 40 and 60 seconds, respectively; G5, G6 and G7 etching with 10% hydrofluoric acid for 20, 40 and 60 seconds, respectively; G8, G9 and G10 etching with 10% hydrofluoric acid for 20, 40 and 60 seconds respectively, and subsequently etched with phosphoric acid at 37% for 5 seconds. Analysis of surface roughness was performed confocal optical microscope. Representative tablets of each group were selected and metallized for analysis of surface morphology in scanning electron microscopy and atomic force microscope. For the analysis of bond strength to microshear, on properly treated surfaces, the silane RelyX Ceramic Primer<sup>®</sup> was applied and waited up to 1 minute to the holding of the cementing. Three-cylinder in each tablet were cemented with resin cement RelyX<sup>™</sup> U200, and light cured for 60 seconds. The specimens were stored in deionized water at 37°C for 24 hours (n = 30). After this time, the specimens were submitted to microshear test in a universal testing machine Emic DL 2000<sup>®</sup> with speed of 1 mm/min until the fracture. The average values of both tests were submitted to ANOVA two factors and the means compared by Tukey test at 5% significance level. All fractured surfaces were taken to the stereomicroscope with 50X enlargement to verify the pattern of failure occurred and some specimens with significant fractures of each type of failure were metallized and taken to the scanning electron microscope for surface characterization. The increased surface roughness was obtained by the G6 group ( $2.05 \pm 0.107$  N) and statistically superior. Already the slightest roughness was obtained by G1 control group ( $0.567 \pm 0.057$ ) and statistically lower to others. The G7 ( $1.785 \pm 0.037$ ); G3 ( $1.608 \pm 0.03$ ); G10 ( $1.551 \pm 0.046$ ); G9 ( $1.449 \pm 0.047$ ); G5 ( $1.443 \pm 0.06$ ); G4 ( $1.422 \pm 0.103$ ); G8 ( $1.339 \pm 0.036$ ) and G2 ( $1.283 \pm 0.059$ ) showed intermediate roughness values. Among these groups, the G3 ( $22.75 \pm 1.97$  N) was presented the highest mean bond strength with failures of mixed type. Moreover, G1 ( $5.25 \pm 1.29$  N) had the lowest average value of the bond strength with a predominance of adhesive failures. Thus, it is concluded that the acid concentration and time influence the surface roughness, being greater for etching with 10% hydrofluoric acid. For the bond strength, the conditioning time and the interaction of this with the concentration of the acid had a significant influence; being that the hydrofluoric acid of lower concentration, 5% for 40 seconds, showed the highest values.

**Keywords:** Dental porcelain. Hydrofluoric acid. Surface treatment. Cementation. Bond strength.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA .....</b>	<b>16</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>44</b>
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>45</b>
<b>4.1 Materiais .....</b>	<b>45</b>
<b>4.2 Métodos .....</b>	<b>46</b>
<b>4.3 Análise da rugosidade superficial .....</b>	<b>49</b>
<b>4.4 Teste de resistência de união .....</b>	<b>50</b>
<b>5 ARTIGO – Efeito de diferentes tratamentos ácidos na rugosidade superficial e na resistência da união da cerâmica de dissilicato de lítio .....</b>	<b>51</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>65</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, na Odontologia há uma procura cada vez mais acentuada por procedimentos restauradores estéticos. Além disso, há uma forte tendência pela busca de preparos cada vez mais conservadores, com conseqüente demanda de restaurações com espessuras menores e mais dependentes da adesão para sua longevidade clínica. Assim, as restaurações em cerâmicas livres de metal representam um material de escolha, pois apresentam outras características desejáveis tais como a estabilidade química, biocompatibilidade, alta resistência à compressão e coeficiente de expansão térmica similar ao da estrutura dentária (AKYIL et al., 2011; KERMANSHAH; BOROUGENI; BITARAF, 2011).

Os cimentos autoadesivos são considerados uma alternativa rápida e eficaz para a cimentação de cerâmicas odontológicas livres de metal. Foram introduzidos em 2002 e ganharam popularidade rapidamente. Esses agentes cimentantes são autocondicionantes que apresentam um processo de aplicação simplificado. Sua aplicação em um único passo, diminuiu a sensibilidade da técnica adesiva e eliminou a aplicação prévia de um agente adesivo ou outro pré-tratamento ao dente (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; GUARDA et al., 2010; HAN et al., 2007).

Na busca por longevidade clínica e correta distribuição de cargas oclusais para o remanescente dental, além do ajuste oclusal adequado, torna-se vital o correto procedimento de cimentação do elemento cerâmico (ZORTUK et al., 2010). A qualidade da união tem relação direta com o tipo da cerâmica envolvida na restauração, assim como as variáveis que influenciam no condicionamento da superfície da cerâmica, responsáveis pela criação da rugosidade de superfície, que melhora o contato do material resinoso com a cerâmica (KUKIATTRAKOON, THAMMASITBOON, 2007; NAVES et al., 2010).

Portanto, o tratamento de superfície é necessário quando se deseja obter união entre cimento resinoso e cerâmica (BRUM et al., 2011; MEYER FILHO et al., 2004). Por terem sílica em sua composição, as cerâmicas vítreas são capazes de serem cimentadas adesivamente, sendo que a união química com o cimento resinoso é associada à aplicação prévia do silano, consagrado na literatura por influenciar

positivamente na resistência e durabilidade da união (DELLA BONA et al., 2004; HOOSHMAND et al., 2012; NAGAI et al., 2005; PANAHA, REZAI, AHMADIAN, 2008; SPOHR et al., 2003).

Dentre os condicionadores de superfície, destaca-se o HF (HF) (BLATZ, SADAN, KERN, 2003; PANAHA, REZAI, AHMADIAN, 2008; SPOHR et al., 2003) indicado para o condicionamento de superfície de cerâmicas vítreas, previamente ao procedimento de cimentação adesiva (BRUM et al., 2011; ÖZCAN; ALLAHBEICKARAGHI; DÜNDAR, 2012). Esse ácido possui baixo tempo de aplicação clínica, baixo custo e grande eficiência na produção das rugosidades superficiais (GÜLER et al., 2005).

Por essas características, métodos alternativos para tratamento de superfície foram avaliados. Ácidos como o bifluoreto de amônio, flúor fosfato acidulado ou jateamento com partículas de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) (50 ou 100  $\mu m$ ) não resultaram em rugosidade de superfície semelhantes ao HF (CANAY, HERSEK, ERTAN, 2001; DELLA BONA, ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA, SHEN, ANUSAVICE, 2004; KUKIATTRAKOON et al., 2007; MELO, VALANDRO, BOTTINO, 2007; NAGAI et al., 2005) ou valores de resistência de união comparáveis ou maiores (BRENTTEL et al., 2007; BRUM et al., 2011; DELLA BONA, ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; GUARDA et al., 2010; KATO, MATSUMURA, ATSUTA, 2001; SPOHR et al., 2003; TORRES et al., 2009).

Mediante ao contexto apresentado, torna-se relevante verificar se a variação da concentração e do tempo de exposição aos ácidos fluorídrico e fosfórico, influenciam na rugosidade superficial e na resistência de união de uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio cimentada com um cimento resinoso autocondicionante.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Para analisar a resistência de união e durabilidade do sistema de cimentos autoadesivos em uma porcelana feldspática, Kato et al. (1996) prepararam discos de cerâmica feldspática Cosmotec<sup>®</sup> medindo 8 mm de diâmetro x 3 mm de altura. Os discos foram polidos com lixas de carbetto de silício (CSi) de granulação até 1.200, jateados com 70 µm de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sob pressão de 0,4 MPa a uma distância de 10 mm, lavados e sonicados em água deionizada. Em seguida foram tratados com ácido fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) por 5 segundos, lavados em água corrente, silanizados e cimentados entre si. Nesse estudo foram realizadas seis combinações de cinco marcas de silano e seis cimentos resinosos. Clearfil Porcelain Bond<sup>®</sup> (CPB), Panavia 21<sup>®</sup> (P21), Clear 51 Porcelain Bond<sup>®</sup> (CTP), Panavia EX<sup>®</sup> (PEX), G-Cera Cosmotech II Primer<sup>®</sup> (CTP), G-Cera Cosmotech II Composite<sup>®</sup> (CTC), Imperva Porcelain<sup>®</sup> (IPP), Primer Imperva Dual<sup>®</sup> (IPD), Porcelain Liner M<sup>®</sup> (PLM), Super-Bond C&B<sup>®</sup> (SB), Tokuso Ceramics Primer<sup>®</sup> (TCP), Bistite Resin Cement<sup>®</sup> (BTC). Após a cimentação, os corpos de prova foram armazenados em estufa a 37°C por 24 horas. Metade foi levada a uma máquina de ensaio para realização do teste de cisalhamento e a outra metade foi termociclada (40°C a 600°C, 20.000 ciclos) e também levada a máquina de ensaio para cisalhamento com 0,5 mm/minuto. As superfícies fraturadas foram levadas ao microscópio ótico para caracterização dos tipos de falhas e à microscopia eletrônica de varredura (MEV). A análise desse trabalho foi feita pela análise de variância (ANOVA) e teste Tukey com nível de significância de 0,05. Os resultados da resistência ao cisalhamento, que foram determinadas antes e após a termociclagem, mostraram que a redução da resistência de união após termociclagem foi notável nos cinco sistemas ( $p < 0,05$ ). No entanto, três sistemas (CPB + P21, CTP + CTC e IPP + IPD) apresentaram resistência ao cisalhamento superior a 20 MPa, após 20.000 ciclos. Esse trabalho concluiu que as combinações dos adesivos e primers tiveram um resultado acima de 65,3 MPa antes da termociclagem. Após a termociclagem esse resultado caiu para menos da metade em todos (abaixo de 30,3 MPa). Na maioria das falhas apresentadas foram adesivas. Os três sistemas em que os iniciadores de silano são ativados por metacrilatos de ácidos hidrofóbicos (TCP + BTC, CPB + PEX, e PLM + SB) apresentaram resistência de união maior do que 20 MPa após a termociclagem.



Embora a resistência de união de 24 horas do PLM + SB foi a mais baixa, a resistência de união deste sistema não diminuiu significativamente após a termociclagem.

Com o objetivo de avaliar a topografia da superfície de seis diferentes cerâmicas após o tratamento com ataque de HF ou abrasão por jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Borges et al. (2003) confeccionaram cinco corpos de prova em forma de coifa de cada material: IPS Empress<sup>®</sup>, IPS Empress 2<sup>®</sup> (0,8 mm de espessura), Cergogold<sup>®</sup> (0,7 mm de espessura), In-Ceram Alumina<sup>®</sup>, In-Ceram Zircônia<sup>®</sup> e Procera<sup>®</sup> (0,8 mm de espessura). Todas as amostras foram confeccionadas seguindo as instruções do respectivo fabricante. Cada coifa foi seccionada longitudinalmente em quatro partes iguais por um disco de diamante. As secções resultantes foram então divididas, aleatoriamente, em três grupos, dependendo dos tratamentos de superfície: G1 – sem tratamento de superfície adicional, como receberam do laboratório (controle); G2 – tratamento por abrasão com jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50  $\mu\text{m}$ ; G3 – condicionamento com HF 10% (20 segundos para IPS Empress 2<sup>®</sup>; 60 segundos para IPS Empress<sup>®</sup> e Cergogold<sup>®</sup>; e, 2 minutos para In-Ceram Alumina<sup>®</sup>, In-Ceram Zircônia<sup>®</sup> e Procera<sup>®</sup>). A abrasão com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mudou morfológicamente a superfície do IPS Empress<sup>®</sup>, IPS Empress 2<sup>®</sup> e da Cerâmica Cergogold<sup>®</sup>. A topografia da superfície dessas cerâmicas apresentou irregularidades superficiais não evidentes no grupo controle. Para o Procera<sup>®</sup>, o jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  produziu uma superfície achatada, já as superfícies do In-Ceram Alumina<sup>®</sup> e do In-Ceram Zircônia<sup>®</sup> não tiveram alteração das características morfológicas permanecendo igual ao grupo controle. Para IPS Empress 2<sup>®</sup>, o condicionamento com HF 10% produziu cristais alongados espalhados com irregularidades superficiais. Para IPS Empress<sup>®</sup> e Cergogold<sup>®</sup> a característica morfológica era de favo de mel sobre a superfície da cerâmica. O tratamento de superfície do In-Ceram Alumina<sup>®</sup>, In-Ceram Zircônia<sup>®</sup> e Procera<sup>®</sup> não mudaram as suas estruturas superficiais. O condicionamento com HF e a abrasão com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aumentaram as irregularidades na superfície do IPS Empress<sup>®</sup>, IPS Empress 2<sup>®</sup> e cerâmica Cergogold<sup>®</sup>. Com um tratamento semelhante, In-Ceram Alumina<sup>®</sup>, In-Ceram Zirconia<sup>®</sup> e Procera<sup>®</sup> não mudaram suas microestruturas morfológicas superficiais.

Para defender a técnica de tratamento em pré-cimentação para restaurações de cerâmica, Addison, Marquis e Fleming (2007) avaliaram se o efeito da concentração e do tempo de condicionamento do HF sobre as superfícies de uma resina e de uma porcelana aumenta a resistência de união entre os materiais. Trinta

conjuntos de discos de cerâmica Vitadur Alpha® (15 mm de diâmetro x 0,9 mm de espessura) foram condicionados com HF de três diferentes concentrações (5, 10 e 20%) e por três diferentes períodos de tempo de condicionamento (45, 90 e 180 segundos). A média de pontos de flexão, desvio-padrão, módulo Weibull e tensão foram determinados usando a flexão biaxial. A perfilometria de contato foi utilizada para caracterizar a rugosidade das superfícies da porcelana tratada. A análise linear geral revelou uma redução significativa nos valores de resistência média do grupo controle em comparação com os grupos condicionados com HF. Além disso, houve diferenças significantes ( $p < 0,05$ ) com o impacto da concentração do HF. A alteração do tempo também resultou em mudanças na resistência à fratura. A perfilometria demonstrou um aumento na rugosidade da superfície de acordo com o tempo de condicionamento com HF bem como quando associada com o aumento da concentração de HF. O condicionamento ácido da porcelana é um processo dinâmico e o impacto é dependente da sua constituição, topografia da superfície, concentração do ácido e tempo de condicionamento. Uma redução significativa da resistência à flexão da porcelana foi demonstrada de acordo com o condicionamento químico e há provas irrefutáveis de que a natureza da modificação de superfície é uma função do tempo de condicionamento e da concentração do HF. Combinações favoráveis de concentração de HF e tempo de condicionamento foram identificados como fatores que melhoram a confiabilidade da porcelana, embora a variabilidade de técnicas clínicas possa resultar na reduzida credibilidade das restaurações de porcelana em função.

Para avaliar as propriedades físicas e de superfície dos cimentos resinosos autoadesivos, Han et al. (2007) estudaram os seguintes cimentos: G-Cem®; Maxcem®; Smart Cem®; e RelyX™ Unicem. Os cimentos foram espatulados e acondicionados de maneira a obterem a forma de um disco com 10 mm de diâmetro x 1 mm de espessura. Foram moldados quatro discos para cada cimento, sendo que cada um seria exposto a uma situação de estresse físico-químico: 1 – acondicionamento por noventa dias em água destilada; 2 – imersão em meio ácido por 12 horas; 3 – imersão em banho de acetona por 5 minutos. Um dos discos foi considerado como controle para verificação de alterações após os testes nos outros discos. Para verificação da superfície, foi utilizado MEV com o aumento de 1000X, o que permitiu visualização dos componentes dos cimentos, bem como de eventual perda de substrato em função

dos ataques químicos. Todos os cimentos apresentaram algum tipo de modificação em sua superfície. A perda de partes do material foi a principal característica dos cimentos testados. Não houve aparecimento de trincas ou fendas nos mesmos. Concluíram que o cimento RelyX™ Unicem apresentou as menores alterações superficiais, quando comparado com os outros cimentos testados.

Por meio de uma revisão da literatura na base PubMed, sobre silanos e a união de cerâmicas com as resinas, Matinlinna e Vallittu (2007) observaram que a longevidade do silano promoveu melhor adesão entre resina com a superfície condicionada de cerâmicas ácido sensíveis. Perceberam que isto é uma preocupação constante na Odontologia, quando ocorre fratura de cerâmicas já cimentadas em boca. Além disso, representa um dilema funcional, custoso e estético, tanto para o profissional quanto para o paciente. Verificaram que existe vários métodos para o condicionamento de superfície; no entanto, alguns deles não são utilizados mais amplamente na clínica. Ressaltaram que o revestimento de sílica triboquímica combinado com aplicação de silano, em comparação, *in vitro* e *in vivo*, com outros protocolos de silanização, está clinicamente comprovada. O método de adesão é relevante para a promoção e melhoria da união de resinas com as cerâmicas condicionadas com ácido. A reparação de cerâmica fraturada combinando sílica triboquímica e seguida por uma aplicação de silano é, de acordo com a literatura, o método de promoção de adesão mais relevante em prótese dentária. O revestimento de sílica triboquímica, seguido por uma aplicação de silano, torna a união adequada para o uso clínico.

Salvio et al. (2007) estudaram o efeito das condições de armazenamento em água (24 horas e 1 ano) sobre a resistência à tração entre a cerâmica IPS Empress 2® e o cimento resinoso Variolink II® sob diferentes tratamentos de superfície da cerâmica. Foram confeccionados 180 discos de cerâmica prensada medindo 7 x 2,5 mm usando todas as instruções do fabricante. Os discos foram centralizados em tubos de policloreto de vinil (PVC) de 25 mm e inserida uma resina autopolimerizável para prender os discos. Os discos foram polidos com lixa 400 e 600, levados ao ultrassom e divididos em seis grupos. Os G1 e G4 foram tratados com HF 10% por 20 segundos e lavados com água por um minuto e depois colocados em cuba ultrassônica por 20 minutos. Os G2 e G5 foram jateados com 50 µm de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por 5 segundos sob pressão de 2 bar e lavados com água por 1 minuto e depois colocados em cuba ultrassônica

por 20 minutos. Para os G3 e G6 foram utilizados jateamento com 100  $\mu\text{m}$  de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durante 5 segundos, conforme descrito para os G2 e G5. O silano Monobond-S<sup>®</sup> foi aplicado em todas as amostras e deixadas secar por 2 minutos e então uma demão de adesivo Heliobond<sup>®</sup> foi aplicada. O cimento resinoso Variolink II<sup>®</sup> foi manipulado de acordo com as instruções do fabricante e aplicado à superfície da cerâmica. Os discos de cerâmica foram, aleatoriamente emparelhados e em seguida unidos. Uma carga estática de 500 g foi aplicada por 1 minuto. O excesso do cimento foi removido com uma escova antes da fotoativação por quatro períodos de 40 segundos. As amostras dos G1 a G3 foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 horas, e as dos G4 a G6 foram armazenadas durante um ano. A água destilada foi trocada uma vez por semana. Os testes de resistência à tração foram realizados em uma máquina de ensaios universal Instron<sup>®</sup> a uma velocidade de 1 mm/minuto, até a ocorrência da falha. A resistência à tração foi calculada dividindo-se a carga máxima pela área da secção transversal para se obter resultados em MPa. Quinze amostras foram testadas em cada grupo. Os resultados foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey ao nível de significância de 95%. As amostras fraturadas foram metalizadas e observadas em MEV para verificar o tipo de falha ocorrido. As amostras de superfície tratadas com HF 10% demonstraram, significativamente, maior resistência do que aquelas que foram jateadas com 50 ou 100  $\mu\text{m}$  de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . O jateamento com 50  $\mu\text{m}$  de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  produziu, significativamente, resistência mais elevada do que com jateamento com 100  $\mu\text{m}$  de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . A resistência de união para o tempo de armazenamento de 24 horas para os três tratamentos de superfície foi, significativamente, maior do que com armazenamento de um ano. As maiores resistências de união na tração foram para as amostras com tratamento de superfície com HF 10% e jateamento com 50  $\mu\text{m}$  de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e a seguir com 100  $\mu\text{m}$ . As amostras com tratamento de superfície com HF 10% resultou em resistência à tração, significativamente, maior do que aquelas jateadas com 50 e 100  $\mu\text{m}$ , tanto para o armazenamento de 24 horas quanto para um ano.

Em uma revisão da literatura, Gomes et al. (2008) mostraram uma breve história da cerâmica dental, composição dos diversos sistemas e estrutura básica, além de enfatizar as principais características e limitações das porcelanas odontológicas mais atuais. As cerâmicas dentais são conhecidas pela sua excelência em reproduzir artificialmente os dentes naturais. As cerâmicas odontológicas são compostas por elementos metálicos como: alumínio (Al), cálcio (Ca), lítio (Li),

magnésio (Mn), potássio (K), sódio (Na), lantânio (La), estanho (Sn), titânio (Ti) e zircônio (Zr) e substâncias não metálicas como: silício (Si), boro (Br), flúor (F) e oxigênio (O). São caracterizadas por duas fases: uma fase cristalina circundada por uma fase vítrea. A matriz vítrea é composta por uma cadeia básica de óxido de silício ( $\text{SiO}_4$ ), sendo que a proporção Si:O está relacionada com a viscosidade e expansão térmica da porcelana. Já a quantidade e a natureza da fase cristalina ditam as propriedades mecânicas e ópticas. Além disso, a formulação da porcelana deve ser feita de modo a apresentar propriedades como fundibilidade, moldabilidade, injetabilidade, usinabilidade, cor, opacidade, translucidez, resistência à abrasão, resistência e tenacidade à fratura. No século XVIII foi empregada pela primeira vez na Odontologia como dente artificial para próteses totais. À partir do século XX passou a ser utilizada para a confecção de restaurações metalocerâmicas e mais recentemente, com o aprimoramento da tecnologia cerâmica, surgiram as restaurações livres de metal. As cerâmicas têm apresentado rápida evolução em âmbito científico com o intuito de melhorar suas propriedades físicas e mecânicas para suprir as necessidades estéticas, que são cada vez mais exigidas pela sociedade moderna. Dispõem-se, atualmente, de materiais cerâmicos com elevadas propriedades mecânicas, que possibilitam a confecção de restaurações cerâmicas livres de metal, tanto na região anterior como na posterior. Quanto maior a resistência mecânica do material, maior é a dificuldade em realizar a cimentação adesiva entre o dente e a restauração cerâmica. A indicação de cada sistema cerâmico deve ser feita de maneira criteriosa, levando em consideração não apenas a resistência mecânica do material, como também a região que deverá ser restaurada e a forma de união entre o dente e a restauração, a fim de garantir a longevidade do tratamento. Nesse contexto, é preciso conhecer cada sistema cerâmico disponível atualmente no mercado, desde suas principais características até suas limitações, para saber indicá-lo de modo correto em cada situação clínica específica.

Kelly (2008) estudou as cerâmicas dentais e produziu um artigo buscando responder às perguntas: o que é cerâmica dental? Em quais casos a cerâmicas são melhores? Quais são os fatores para o sucesso da cerâmica dental? A cerâmica se divide em três categorias quanto à sua composição principal: predominantemente de vidro; parte vítrea e parte cristalina (misto) e policristalina. As cerâmicas predominantemente vítreas podem ser levemente ou fortemente preenchidas com

carga cristalina. As cerâmicas com alto teor vítreo possuem maior capacidade de imitar a dentina e o esmalte dental. Os fabricantes utilizam pequenas porções de materiais para melhorar os efeitos óticos como opalescência, cor e opacidade. Para melhorar as propriedades mecânicas, como a resistência, a contração e a expansão térmica, são introduzidos materiais cristalinos, como por exemplo, cerâmica de alta fusão. Essas cerâmicas serão estáveis na temperatura de queima laboratoriais das cerâmicas dentais. As partículas que são introduzidas nas cerâmicas poderão ser dissolvidas ou não com o ácido durante o tratamento de superfície, para aumentar a área de superfície que irá entrar em contato com o agente de união. Outra forma de incluir essa matriz de carga nas cerâmicas é o tratamento térmico, em que a matriz se precipita por nucleação. As cerâmicas policristalinas podem conter ou não uma matriz vítrea. As matrizes das cerâmicas policristalinas mais comuns na Odontologia são os  $Al_2O_3$  ou de  $ZrO_2$ . Materiais cerâmicos, contendo concentrações elevadas de cristais dissilicato de lítio são exemplos de uma cerâmica mista (IPS e.max<sup>®</sup>). No material cerâmico In-Ceram<sup>®</sup> a matriz de carga é sinterizada e o de vidro interpenetrado na matriz, ambos ficam em um espaço contínuo. O material de carga do In-Ceram<sup>®</sup> pode ser a Al, de aluminato de magnésio ( $MgAl_2O_4$ ), espinélio ou uma mistura de 70% de Al e 30% de  $ZrO_2$ . Cerâmicas policristalinas geralmente são muito mais resistentes e mais fortes do que as cerâmicas à base de vidro. Quanto à estética, há diferença entre o sistema totalmente cerâmico e o sistema metalocerâmico. A maioria das cerâmicas livres de metal são superiores às com metais com relação à corrosão, galvanismo e biocompatibilidade. A taxa de sobrevivência das metalocerâmicas é de 74% em 15 anos e 53% em trinta anos, e muitas vezes, a perda da coroa se dá, não por falha do material, mas sim, por outros fatores biológicos, como problemas endodônticos, periodontites ou cáries. Evidências mostram que as cerâmicas livres de metal podem ser escolhidas com segurança para *inlays*, *onlays* e coroas anteriores unitárias, mas somente alguns sistemas são disponíveis para coroas totais em molares ou próteses fixas múltiplas.

Panah, Rezai e Ahmadian (2008) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao micro-cisalhamento entre a resina composta e o material cerâmico à base de dissilicato de lítio IPS Empress 2<sup>®</sup>. Para a pesquisa, utilizou-se oitenta discos da cerâmica medindo 7 x 7 x 1 mm. Esses discos foram fabricados utilizando a técnica de cera perdida. Os discos foram divididos

em oito grupos, e oito diferentes tratamentos de superfície foram realizados: G1) sem tratamento (NT); G2) jateamento de partículas com  $Al_2O_3$  de 50  $\mu m$  (AI); G3) o condicionamento ácido com HF 9,6% por 1 minuto (HF); G4) aplicação de silano (S); G5) AI + HF (AIHF); G6) AI + S (AIS; G7) HF + S (HFS), e; G8) AI + HF + S. Em seguida, dez cilindros de resina composta (0,8 x 0,5 mm) foram fotopolimerizados nos discos de cerâmica em cada grupo. Cada corpo de prova foi submetido a uma carga de cisalhamento a uma velocidade de 0,5 mm/minuto até a fratura. Os locais das fraturas foram examinados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para determinar o tipo de falha e para examinar os efeitos dos tratamentos de superfície. A análise de variância (ANOVA) foi utilizado para a análise estatística dos dados. Os valores de resistência de união ao microcisalhamento em MPa foram: NT = 4,10 (3,06), AI = 7,56 (4,11), HF = 14,04 (2,60), S = 14,58 (2,14), AIHF = 15,56 (3,36), AIS = 23,02 (4,17), HFS = 24,7 (4,43), AIHFS = 26,0 (3,71). ANOVA indicou a influência do tratamento de superfície foi significativa ( $p < 0,0001$ ). A análise em MEV não revelou falha totalmente coesiva em resina ou cerâmica.

Para resumir e facilitar o uso dos cimentos autoadesivos, Radovic et al. (2008) fizeram uma revisão da literatura em busca de informações sobre as suas propriedades, com base nos resultados científicos originais completos de artigos revisados duplo cego listados no PubMed. A pesquisa foi realizada usando o termo "cimento autoadesivo" ou nomes comerciais dos produtos disponíveis atualmente. Apenas em estudos *in vitro* que investigaram dois cimentos autoadesivos, disponíveis comercialmente, foram publicados até o momento. Os resultados foram resumidos nas seguintes categorias: adesão aos substratos dentais (esmalte, dentina, dentina radicular), adesão a materiais restauradores (pinos endodônticos, cerâmica, pilares de Ti), adaptação marginal, microinfiltração, propriedades mecânicas, biocompatibilidade, adesão química e liberação de F e as classificações em uso clínico. A maioria dos dados disponíveis na literatura é baseada em estudos que investigaram um dos cimentos autoadesivos que estão atualmente disponíveis para os profissionais. De acordo com os resultados *in vitro*, cimentos autoadesivos para adesão à dentina e de vários materiais restauradores são satisfatórios e comparáveis a outros cimentos resinosos convencionais, enquanto a adesão ao esmalte parece ser um elo fraco nas suas propriedades de união. Em 2008 foi reportado que, em longo

prazo, o desempenho clínico destes materiais deveria ser avaliado antes de fazer uma recomendação geral de seu uso.

Com o objetivo de resumir o conhecimento atual sobre a união de cerâmicas, Kern, Barloi e Yang (2009) revisaram a literatura com uma pesquisa no banco de dados PubMed que foi conduzido para estudos *in vitro* relativos para a união do cimento resinoso aos materiais cerâmicos. A busca foi limitada a artigos revisados e pareados, publicados em Inglês entre 1966 e 2008. Para as restaurações cerâmicas, a adesão é muito importante tanto na cerâmica quanto a adesão do agente de união ao substrato do dente (esmalte/dentina). O estudo concluiu que, existem uma grande quantidade de estudos laboratoriais sobre a união de cerâmicas dentárias, enquanto estudos clínicos em longo prazo, sobre união de restaurações cerâmicas sem retenção mecânica são raros. Existem poucos ensaios apenas clínicos com cimentação de restaurações cerâmicas sem retenção mecânica. Esse tipo de pesquisa poderia verificar se um método de união específico proporciona aderência durável em longo prazo, sob condições orais úmidas e estressantes aos materiais estudados.

Fabianelli et al. (2010) estudaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência da união entre resina composta e cerâmica feldspática reforçada com leucita. Vinte e quatro cubos de IPS Empress (Ivoclar Vivadent) de 1 x 1 x 1 cm foram fabricados por meio da técnica de cera perdida e por injeção de cerâmica. Os corpos de prova foram polidos com lixas 400 e 600, limpos em ultrassom e distribuídos em quatro grupos, que receberam tratamentos de superfície: G1 – HF 9,5% por 1 minuto, lavado por 1 minuto, seco ao ar por 1 minuto, silano por 1 minuto e secos ao ar por 30 segundos; G2 – aplicou-se silano aguardando 1 minuto e seco por 30 segundos; G3 – HF por 1 minuto, lavado por 1 minuto, seco por 1 minuto, silano por 1 minuto e, em seguida, secou-se com uma corrente de ar quente (100°C) por 1 minuto, e; G4 – aplicou-se o silano aguardou-se 1 minuto e ar quente (100°C) por 1 minuto. Após o tratamento de superfície apropriado, foi aplicado o cimento (D/E Resin, Bisco), fotopolimerizado durante 20 segundos com 600 mW/cm<sup>2</sup> (VIP, Bisco) e em seguida foi aplicada uma camada de 2 mm de resina composta (Tétric EvoCeram®) fotopolimerizada durante 20 segundos, para criar um bloco de 8 mm. Usando um disco de corte de baixa velocidade, aproximadamente doze barras de 0,8 mm<sup>2</sup> de seção transversal foram obtidas a partir de cada bloco. Para os testes de resistência de união, uma força de tração foi aplicada com uma velocidade de 0,5 mm/minuto, até a



ocorrência de falha. Estas foram classificadas como adesiva ou coesiva, analisando sob lupa estereoscópica em 20X e as amostras representativas foram observadas em MEV. Teste de Kruskal-Wallis ANOVA seguida por teste de Dunn, para verificar as diferenças entre os grupos. Nas análises, o nível de significância estatística foi estabelecido em  $\alpha = 0,05$ . A resistência de união média e desvio padrão em MPa foram: G1 = 22,8 ( $\pm 4,3$ ), G2 = 18,5 ( $\pm 5,8$ ), G3 = 27,8 ( $\pm 4,7$ ) e G4 = 28,5 ( $\pm 5,7$ ). A análise Kruskal-Wallis mostrou diferenças significativas na resistência de união entre os grupos ( $p < 0,001$ ). Os grupos G3 e G4, que sofreram tratamento térmico, foram significativamente maiores que os grupos não tratados com calor ( $p < 0,001$ ). Além disso, G1 apresentou resistência de união significativamente maior do que G2 ( $p < 0,05$ ). A análise microscópica dos locais das fraturas mostrou que as falhas foram coesivas, principalmente no cimento em G1, G3 e G4, e principalmente adesivas no G2. A água conduz a reação de condensação da superfície silano/sílica e promove a ligação covalente, portanto, o tratamento pelo calor pode aumentar a ligação química à cerâmica, bem como no silano. Isto pode explicar a melhora da resistência de união quando foi usado silano quente, embora o tratamento com calor não ser viável para utilização intraoral, esse tratamento térmico pode ser empregado na fase de cimentação utilizando-o na preparação da restauração antes da cimentação.

Guarda et al. (2010) investigaram o efeito da cimentação de restaurações cerâmicas o usando um cimento resinoso autoadesivo, em diferentes condições de dentina. Amostras foram confeccionadas utilizando blocos retangulares (10 x 8 x 2,5 mm) de cerâmica vítrea (IPS Empress Esthetic<sup>®</sup>) utilizados de acordo com as instruções do fabricante. As amostras foram polidas com lixas 1200 e limpas em ultrassom em água durante 10 minutos. As superfícies internas dos blocos cerâmicos foram condicionadas com HF 10% durante 20 segundos, lavadas com água durante 1 minuto, e aplicada uma camada de agente de união de silano (RelyX Ceramic Primer<sup>®</sup>). Incisivos bovinos foram obtidos e suas coroas foram seccionadas 7 mm abaixo da borda incisal. O esmalte circundante foi removido usando brocas de diamante, as superfícies de dentina foram polidas. As amostras foram divididas aleatoriamente em quatro grupos ( $n = 5$ ) definidos pela condição da dentina: Grupo "dentina seca" – a superfície da dentina foi seca com ar durante 15 segundos e agente cimentante autoadesivo do cimento RelyX<sup>™</sup> Unicem, foi utilizado seguindo as instruções do fabricante; Grupo "dentina úmida" – apenas o excesso de umidade da

dentina foi removido com papel absorvente e os mesmos procedimentos descritos para o grupo anterior foram realizados; Grupo "agente de união" – a superfície da dentina foi seca com ar durante 15 segundos e o sistema adesivo autocondicionante de dois passos (Clearfil SE Bond®) foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, seguido pela aplicação da pasta de RelyX™ Unicem, tal como descrito para os grupos anteriores; Grupo de controle – a superfície da dentina foi seca com ar durante 15 segundos, condicionada com H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 37% durante 15 segundos, lavada com água durante 30 segundos e foram secadas levemente, deixando uma superfície úmida. Um sistema adesivo convencional (Excite®) e o agente cimentante resinoso de polimerização dual cor A2 (Variolink II®) foram usados de acordo com as instruções do fabricante. Quatro fotopolimerizações de 40 segundos utilizando diodo emissor de luz (LED Ultra Lume 5®, 1.200 mW/cm<sup>2</sup>), com uma exposição final de 40 segundos a partir da superfície superior. Os corpos de prova foram armazenados em 100% de umidade relativa a 37°C, por 24 horas. Posteriormente, os corpos de prova foram cortados perpendicularmente à interface de ligação, utilizando um disco diamantado refrigerado à água seguido do teste de microtração realizado em uma máquina de ensaios mecânicos a uma velocidade de 0,5 mm/minuto até a ocorrência de falha. Valores de resistência de união foram calculados em MPa. Seis palitos foram obtidos para cada dente e o valor médio foi calculado como o valor da resistência de união, para cada corpo de prova. Dados de resistência de união foram submetidos a ANOVA e comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey. As diferenças foram consideradas significantes com  $p < 0,05$ . As amostras fraturadas foram revestidas com ouro e examinadas em MEV com aumento de 120X. Os modos de falha foram classificados como adesivo, coesivo ou misto. Os resultados mostraram que o grupo em que a união foi efetuada em dentina seca, apresentou resistência de união significativamente menor em comparação com todos os grupos restantes ( $p < 0,01$ ). O cimento resinoso autoadesivo apresentou uma força de união inferior, quando aplicado em dentina seca quando comparado com o substrato úmido dentina ( $p < 0,01$ ). Por outro lado, não foram detectadas diferenças significativas quando a dentina úmida, agente de união e o grupo controle foram comparados entre si ( $p = 0,093$ ). A análise demonstrou que a falha adesiva foi o modo de falha predominante para o grupo de controle. O agente de união e os grupos de dentina seca mostraram uma predominância de falha adesiva. Em contraste, uma predominância de modo de falha

coesiva foi detectada para o grupo em que o adesivo foi realizada na dentina úmida. Porosidade foi observada dentro do corpo do cimento, provavelmente resultante das gotas de água que se acumulam dentro da rede de polímero, diminuindo a sua resistência de coesão. As falhas na dentina seca podem estar relacionadas e serem explicadas pela menor disponibilidade de água, com isso, ocorre uma pobre ionização associada com a elevada viscosidade do substrato dentinário. A força de união do agente de cimentação autoadesivo RelyX™ Unicem foi dependente principalmente, sobre o estado de dentina úmida. Esse estudo concluiu que apenas o excesso de umidade da dentina deve ser removida durante a cimentação de restaurações cerâmicas utilizando cimentos resinosos autoadesivos.

Em uma revisão da literatura sobre o comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas, Martins et al. (2010) apresentaram os diversos sistemas cerâmicos e seu comportamento mecânico. Observaram a utilização clínica de cada cerâmica relatando as localizações, os tipos e as regiões das falhas mais frequentes nos sistemas atuais, visando a busca por soluções. As restaurações cerâmicas, pela sua alta capacidade de mimetizar os tecidos dentais, são a escolha de preferência de muitos profissionais e pacientes. A escolha correta do tipo de cerâmica a ser utilizada para cada caso deve ser feita de maneira criteriosa para definir a efetividade e determinar a média de longevidade. Esse é o principal objetivo dos estudos de sobrevivência em prótese parcial fixa. A resistência das cerâmicas utilizadas atualmente foi aumentada pela introdução das cerâmicas policristalinas. As cerâmicas com fase cristalina de fibras curtas de dissilicato de lítio têm limitada atuação na odontologia, porém a introdução de cerâmicas com alto teor de alumina ou de zircônia, aumentaram o leque para próteses mais extensas. A  $ZrO_2$  possui um mecanismo para aumento da tenacidade que a difere das demais cerâmicas utilizadas em Odontologia, principalmente por causa da transformação de fases de sua estrutura. O aumento de tenacidade por transformação baseia-se na obstrução da propagação da trinca por meio da  $ZrO_2$  estabilizada normalmente com 3% de óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ). Esta estabilização permite que a  $ZrO_2$ , que em temperatura ambiente estaria na fase monoclinica (estável), se mantenha na fase tetragonal. O processo de obstrução da propagação da trinca ocorre na presença de campos de tensões de tração na ponta da trinca (surtem quando o material é submetido a uma tensão externa), que induz a desestabilização das partículas tetragonais e a ocorrência de uma transformação de

fase tetragonal para monoclínica. Esta transformação é acompanhada por um aumento de volume (3-5%) do material, que provoca uma força compressiva contra as superfícies da trinca, fechando-a e dificultando sua propagação ou crescimento. Entretanto, a  $ZrO_2$  apresenta problema relacionado com sua degradação por envelhecimento a baixas temperaturas, sendo que este fenômeno ocorre na superfície e degrada suas excelentes propriedades mecânicas. As falhas biológicas mais frequentes são a perda de vitalidade pulpar ou a fratura do pilar, esses tipos de falhas podem estar relacionados com o desgaste excessivo da estrutura dentária e do resultado de preparos dentários extensivos. A segunda maior causa de fracassos em sistemas totalmente cerâmicos está relacionada com a recidiva de cárie. Quanto ao insucesso mecânico, quando comparada com outros materiais cerâmicos, a  $ZrO_2$  apresenta estabilidade superior da infraestrutura e exibe a combinação de elevada resistência á flexão e elevada tenacidade à fratura, associada à propriedade de transformação de fase (tetragonal para monoclínica), além de menor módulo de elasticidade. Estas propriedades, não isoladamente, mas de forma combinada, podem justificar as excelentes taxas de sobrevida para a infraestrutura. Entretanto, a principal causa de complicações mecânicas nas próteses à base de  $ZrO_2$  relaciona-se com a fratura da cerâmica de revestimento. Esta pode ser devido à forma deficiente da infraestrutura, o qual não promove suporte adequado à cerâmica de cobertura e pode estar associada à concentração de tensão durante a aplicação da cerâmica de revestimento.

Por meio do teste de microtração, Akyil et al. (2011) verificaram a resistência de união do cimento resinoso dual em quarenta amostras de cerâmica feldspática (6mm largura x 6 mm comprimento x 6 mm altura) que foram divididos em oito grupos (n = 5), de acordo com os tratamentos de superfície descritos acima: G1 – sem tratamento; G2 – condicionamento com HF; G3 – jateamento com  $Al_2O_3$ ; G4 – laser Er:YAG; G5 – laser Nd:YAG; G6 – jateamento com  $Al_2O_3$  + HF; G7 – laser Er:YAG + HF; G8 – laser Nd:YAG + HF. Depois do tratamento de superfície, o silano e o cimento resinoso dual (Panavia F<sup>®</sup>) foram aplicados nas amostras. Os corpos de prova foram submetidos à máquina de cortes Isomet para obtenção de espécimes com 1 mm<sup>2</sup>, que foram armazenadas em água a 37°C por 24 horas e submetidas a 1000 ciclos de termociclagem com temperatura dos banhos de 5°C e 55°C. Em seguida, foram submetidos ao teste de microtração para mensuração da resistência à união. Maior

resistência foi encontrada nos corpos de prova condicionados apenas com HF (G2). O HF também possibilitou aumento da resistência à união dos espécimes que haviam sido submetidos à aplicação do laser, primeiramente (G7 e G8). No entanto, o HF associado ao jateamento com  $Al_2O_3$  (G6), diminuiu a resistência de união quando comparado ao jateamento com  $Al_2O_3$  aplicado sozinho (G3). Concluíram que o HF é o melhor tipo de condicionamento para porcelanas feldspáticas. A utilização dos lasers para tratamento de superfície não é o método adequado para melhorar a resistência à união. Os autores propuseram que diversos estudos sejam realizados nessa área, a fim de aperfeiçoar a adesão das porcelanas feldspáticas ao substrato dentário, pois esse tipo de porcelana é cada vez mais comum em restaurações de *inlays*, *onlays* e facetas, devido às suas características estéticas melhores que outros materiais cerâmicos. No entanto, essas restaurações são muito frágeis até o momento da cimentação à estrutura dentária, utilizando cimentos resinosos. O desempenho clínico das restaurações de porcelana feldspática depende substancialmente das propriedades adesivas dos cimentos resinosos utilizados na união à estrutura dentária.

Kermanshah, Borougeni e Bitaraf (2011) compararam a união adesiva de facetas cerâmicas ao esmalte dentário, com três tipos de cimentos, utilizando novo método de teste de microcisolamento para simular condições clínicas. Desenvolveram novo método de teste de microcisolamento para realização dos experimentos. Para isso, cimentaram trinta fatias com 1 mm de espessura de primeiros molares humanos hígidos a trinta cilindros de porcelana de 0,8 mm de diâmetro, utilizando três cimentos: 1 – cimento resinoso dual (Variolink II®); 2 – cimento resinoso fotoativado (Variolink II®); 3 – resina flow (Tetric flow®). Os corpos de prova foram submetidos a 500 ciclos de termociclagem e em seguida, ao teste de microcisolamento. As médias das resistências de união dos corpos de prova submetidos ao teste de microcisolamento foram: G1 = 21,48 MPa, G2 = 23,92 MPa e G3 = 24,57 MPa. Os dados coletados foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA de um fator ( $p < 0,05$ ). Os tipos de falhas foram identificados em lupa estereoscópica com aumento de 40X, e uma amostra de cada tipo de falha foi analisado em MEV. Observaram que no G1 houve maior número de falhas adesivas, enquanto nos G2 e G3 houve maior número de falhas coesivas. Concluíram que

diferenças na força à união formada pelos três grupos não foram estatisticamente significantes, quando submetidos à tensão de microcisalhamento.

Zogheib et al. (2011) verificaram o efeito do tempo do condicionamento com HF na rugosidade e resistência à flexão de uma cerâmica de dissilicato de lítio. Para a pesquisa, foram confeccionadas setenta e cinco barras de cerâmica (16 x 2 x 2 mm) de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD<sup>®</sup>) foram polidas até a lixa 1000 de CSi. Os corpos de prova cerâmicos foram divididos aleatoriamente em cinco grupos (n = 15) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: GA (controle) – sem tratamento da superfície cerâmica; GB – HF (gel de HF 4,9%; Ivoclar<sup>®</sup>) por 20 segundos; GC – HF por 60 segundos; Grupo D – HF por 90 segundos, e; GE – HF por 180 segundos. Após o condicionamento o gel foi lavado durante 30 segundos e neutralizado com CaCO<sub>3</sub> e Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> durante 5 minutos. Depois foram limpos em ultrassom com água destilada durante 5 minutos. Em seguida, foram preparados para exame morfológico em MEV. A rugosidade da superfície foi determinada usando um perfilômetro e cada amostra foi digitalizada quatro vezes em diferentes áreas da amostra e calculada a rugosidade média (Ra). A resistência à flexão foi determinada com um teste de flexão de três pontos em uma máquina universal de ensaios. Os corpos de prova foram colocados horizontalmente em apoios das barras 12 mm de distância e foram carregados (a célula de carga 1 kN) com uma ponta arredondada (raio de 3 mm) a uma velocidade de 0,5 mm/minuto até a ocorrência de fratura. A ANOVA de um fator e teste de Tukey (p < 0,05) foram usados para avaliar se as diferenças estatísticas da rugosidade da superfície e resistência à flexão entre os diferentes tempos de tratamento foram significantes. Diferenças significativas nos valores de Ra foram encontradas entre os grupos. GA (0,06 ± 0,01 μm) mostrou o menor valor de Ra, enquanto o GE (0,16 ± 0,1 μm) mostrou o maior valor de Ra. Houve diferença significativa entre os valores médios de Ra dos grupos B e C, C e D e D e E. Diferenças significativas na rugosidade e resistência à flexão, respectivamente foram observadas: A) 0,06 ± 0,01 – 417 ± 55 MPa; B) 0,09 ± 0,05 – 367 ± 68 MPa; C) 0,12 ± 0,05 – 363 ± 84 MPa; D) 0,14 ± 0,06 – 329 ± 70 MPa, e; E) 0,16 ± 0,10 – 314 ± 62 MPa. O grupo controle mostrou valor significativamente maior do que os valores médios grupos D e E. Não houve diferenças significativas entre os grupos A, B e C, comparado com os grupos B, C, D e E. No entanto, os valores de resistência à flexão média diminuíram com o aumento do tempo de condicionamento com HF. Houve uma

correlação positiva entre Ra e flexão. Análise das diferentes superfícies cerâmicas observadas em MEV mostraram informações valiosas sobre a topografia. A superfície cerâmica não tratada é lisa e homogênea, tornando-se cada vez mais porosa e irregular devido à dissolução da fase vítrea pelo HF após o tratamento. Como consequência, os espaços vazios apareceram maiores e mais profundos na medida em que o tempo de tratamento aumentou (D e E), os cristais de dissilicato de lítio puderam ser facilmente vistos, se projetando à partir da matriz vítrea. Estudos sugeriram que é necessário condicionamento de preferência com HF que é mais efetivo que com o  $H_3PO_4$ . O condicionamento da cerâmica é um processo dinâmico e o impacto é dependente da constituição substrato, da superfície, da concentração do ácido e do tempo de condicionamento. Sabe-se que o sobretempo ou a sobreconcentração do ácido pode causar um enfraquecimento da união da cerâmica. Achados mostraram que, o aumento do tempo de condicionamento ácido influenciou na rugosidade da superfície e também na resistência à flexão da cerâmica à base de dissilicato de lítio.

Hooshmand et al. (2012) analisaram a influência do tratamento de superfície da cerâmica IPS Empress 2<sup>®</sup> na tenacidade à fratura interfacial quando utilizados três diferentes cimentos resinosos. Setenta e dois discos cerâmicos (12 mm de diâmetro x 2 mm de espessura) foram confeccionados e jateados com partículas de  $Al_2O_3$  50  $\mu m$  por 20 segundos. As amostras foram divididas em dois grupos (n = 36): G1 – condicionadas com HF 9% por 1 minuto e G2 – controle, somente jateadas com  $Al_2O_3$  50  $\mu m$ . Todas as amostras receberam o tratamento com silano por 1 minuto, secados por 15 segundos com ar quente  $50 \pm 5^\circ C$ , seguido por lavagem com água morna por 15 segundos e novamente secados durante 30 segundos com ar quente, sendo em seguida aplicada uma fina camada do adesivo sem carga e fotoativado por 20 segundos. Cada grupo foi subdividido em três subgrupos (n = 12), em função do agente cimentante utilizado: 1) Variolink II<sup>®</sup>; 2) Multilink Sprint<sup>®</sup> (autocondicionante), e; 3) Panavia F2<sup>®</sup>. Após a confecção das amostras resinosas na superfície da cerâmica, as mesmas foram mantidas em água destilada a  $37^\circ C$  por 24 horas e submetidas à termociclagem (3.000 ciclos entre 5 e  $55^\circ C$ ). Em seguida, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência de tenacidade à fratura. Os dados foram submetidos a ANOVA de dois fatores para avaliar as possíveis diferenças e interações entre o tipo do cimento e condicionamento superficial. A ANOVA de um

fator e o teste de Tukey (5%) foram usados para comparação entre os grupos experimentais. O condicionamento com HF 9% melhorou a tenacidade à fratura interfacial dos grupos Panavia F2<sup>®</sup> e Multilink Sprint<sup>®</sup>, no entanto, nenhuma diferença estatística foi encontrada entre G1 e G2, quando utilizado o cimento Variolink II<sup>®</sup>. Para as amostras do G1, nenhuma diferença estatística foi encontrada entre Panavia F2<sup>®</sup> e Variolink II<sup>®</sup>, no entanto, os valores do Panavia F2<sup>®</sup> e Variolink II<sup>®</sup> foram significativamente superiores ao Multilink Sprint<sup>®</sup>. Para o G2, o cimento resinoso Panavia F2<sup>®</sup> apresentou o maior valor de resistência de união. Concluíram que o resultado da tenacidade à fratura interfacial foi influenciado pela forma de tratamento de superfície da cerâmica e pelo tipo do cimento resinoso utilizado. Somente foi possível eliminar o condicionamento com HF no grupo que utilizou o Variolink II<sup>®</sup>. O HF proporcionou melhores resultados de resistência de união quando utilizados os cimentos resinosos Panavia F2<sup>®</sup> e Multilink Sprint<sup>®</sup>. Os cimentos resinosos de cura dual apresentaram os melhores resultados de resistência de união em relação ao cimento autoadesivo.

O estudo de Yoshimura et al. (2012) determinou os efeitos de uma série de parâmetros dos materiais cerâmicos, tais como o conteúdo cristalino, o módulo de Young, resistência à flexão, a dureza Vickers, tenacidade à fratura, energia de fratura de superfície e índice de friabilidade das cerâmicas dentárias. A hipótese testada foi de que seria encontrada uma forte correlação entre os parâmetros analisados. Para o teste, foram confeccionados 15 discos medindo 12 mm de diâmetro x 2 mm de espessura de cada cerâmica, seguindo as instruções de cada fabricante. As cerâmicas testadas foram: cerâmica vítrea VM7<sup>®</sup> (V), cerâmica com 16% de leucita IPS Dsign<sup>®</sup> (D), cerâmica com 29% de leucita Empress<sup>®</sup> (E1), cerâmica com 58% de dissilicato de lítio Empress 2<sup>®</sup> (E2) e a alumina infiltrada com vidro In-Ceram<sup>®</sup> (IC). Após a confecção, os discos foram reduzidos até a espessura de 1,3 mm seguindo a norma ASTM C1161. Após esse desgaste, cada disco foi polido com pasta diamantada em uma politriz Ecomet<sup>®</sup>. A espessura final dos corpos de prova ficou em torno de 1,1 mm. O módulo de Young foi determinado por meio de ultrassom. Para confirmar a correlação positiva esperada da força de fratura e tenacidade à fratura, dez corpos de prova de cada material foram fraturados em flexão biaxial usando um pistão com três bolas em uma máquina de ensaio universal com elevada carga de tração (100 MPa/segundo). A dureza Vickers foi determinada fazendo dez entalhes



sobre as superfícies polidas. As análises de difração de raios X foi realizada para identificar as fases cristalinas. Análises microestruturais foram realizadas utilizando um MEV acoplado a um espectroscópio de energia dispersiva (EDS). A natureza das fases cristalinas identificadas por análise de EDS foram: leucita tetragonal ( $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ ) em Dsign<sup>®</sup> e Empress<sup>®</sup>; dissilicato, principalmente de lítio em Empress 2<sup>®</sup>, e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  em In-Ceram<sup>®</sup>. Esses materiais encontrados conferem maior resistência às cerâmicas. Em todos os materiais foram encontrados cerâmica na fase vítrea, responsável pela translucidez. As constantes elásticas, módulo de Young e os valores do coeficiente de Poisson foram significativamente mais elevados para composto IC, seguido por E2. A cerâmica E1, V e D, apresentaram valores estatisticamente semelhantes para ambas as constantes elásticas. Com relação à dureza Vickers, IC apresentou a maior média, seguido por E1, V e D, que apresentaram valores estatisticamente semelhantes. A cerâmica E2 mostrou o menor valor de dureza. A resistência e valores de tenacidade à fratura foram significativamente maiores para composto IC e E2 em comparação com os outros materiais. O módulo de elasticidade e dureza Vickers obtidos nesse estudo para as cinco cerâmicas estavam em conformidade com aqueles relatados na literatura. No entanto, era esperado um maior valor de dureza para E2, uma vez que este é um material fundamental para coroas unitárias e pequenas próteses parciais fixas até a região pré-molar. Não foi observada correlação entre a dureza Vickers e módulo de Young, indicando que o aumento no módulo de elasticidade não levou a um aumento na dureza Vickers. IC e E2 apresentaram maiores valores de resistência à fratura inerte, módulo de Young, tenacidade à fratura e energia de superfície. Menores valores de índice de fragilidade foram encontrados em E1 e D quando comparou-se com E2 e IC. Concluíram que o aumento no módulo de elasticidade de um material tende a aumentar a tenacidade à fratura das cerâmicas odontológicas, mas não necessariamente sua dureza. O aumento do teor de fase cristalina é benéfico para reduzir a fragilidade de cerâmicas dentárias tanto pelo aumento da energia de superfície de fratura quanto por diminuir o índice de fragilidade da cerâmica.

Yucel et al. (2012) analisaram o efeito de métodos de tratamento de superfície na resistência ao cisalhamento entre cimento resinoso e duas cerâmicas de dissilicato de lítio (IPS Empress 2<sup>®</sup> e IPS e.max Press<sup>®</sup>). Foram confeccionadas sessenta amostras de cada cerâmica medindo 10 x 10 x 20 mm. Todos os blocos cerâmicos foram incluídos em resina acrílica e a superfície de cada amostra foi polida

com uma série de abrasivos 300, 400, 600, 800 e 1000. Para o tratamento de superfície, foram divididos em seis subgrupos: G1 (C) – sem tratamento de superfície; G2 (A) – abrasão por jato de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50  $\mu\text{m}$  a 2,5 bar; G3 (E) – condicionamento com HF 4,9%; G4 (AE) – abrasão por jato de óxido + condicionamento com HF 4,9% por segundos; G5 (G) – laser Nd:YAG, e; G6 (LE) – laser + condicionamento com HF 4,9% por 20 segundos. As superfícies preparadas foram limpas em ultrassom durante 30 minutos. Para análise micromorfológica das superfícies cerâmicas, uma amostra adicional de cada grupo foi analisada utilizando MEV. Todas as amostras de cerâmica foram secas ao ar e revestidas com silano (Monobond-S<sup>®</sup>). Tubos de *teflon* (5 X 4 mm) foram usados para fabricar cilindros padronizados de resina. O cimento resinoso de baixa viscosidade (Variolink II<sup>®</sup>) foi utilizado para unir as superfícies de cerâmica e, em seguida, polimerizado por 40 segundos com um fotopolimerizador (Blue Swan<sup>®</sup>). A intensidade da luz foi de pelo menos 650 mW/cm<sup>2</sup>. A totalidade da superfície do cilindro de cimento foi polimerizada por um total de 80 segundos. Os corpos de prova foram então termociclados por 2000 ciclos entre 5°C e 55°C, com um tempo de permanência de 25 segundos. A resistência ao cisalhamento foi medida em uma máquina de teste universal a uma velocidade de 0,5 mm/minuto. A ANOVA de dois fatores e teste de Tukey foram utilizados para determinar as diferenças nos valores de resistência ao cisalhamento entre os grupos. ANOVA revelou diferença significativa entre os grupos de tratamento e cerâmicas. Os valores médios de resistência ao cisalhamento de IPS Empress 2<sup>®</sup> foram significativamente maiores do que no IPS e.Max Press<sup>®</sup>. Os grupos de condicionamento ácido apresentaram valores médios significativamente mais elevados do que os outros grupos. Grupos laser mostraram significativamente menor resistência ao cisalhamento do que os outros tratamentos. Para ambas as cerâmicas, os grupos controle apresentaram valores de resistência ao cisalhamento significativamente inferiores aos outros grupos. A utilização de ácido após o jateamento mostrou os maiores valores de resistência ao cisalhamento em ambas as cerâmicas. As imagens da irradiação com laser nas superfícies apareceram relativamente suaves em comparação com as imagens de outros grupos tratados. Concluíram que o condicionamento com HF de ambos os grupos produziu cristais alongados com irregularidades superficiais. A abrasão com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  modificou a morfologia da superfície de ambos os grupos de cerâmica.

Anusavice, Jadaan e Esquivel-Upshaw (2013) estudaram a relação entre o tempo de fratura e a espessura de coroas de molares em função, confeccionadas em cerâmica de dissilicato de lítio estratificada com cerâmica vítrea de cobertura, comparando cargas oblíquas e verticais. Para o estudo foram preparadas barras de 28 mm x 4 mm x 1,8 mm de cerâmica de dissilicato de lítio E2C (Empress 2,) cobertas com cerâmica E2V (Empress 2 Veeniring) para o teste flexão de quatro pontos. As barras foram separadas em cinco grupos (n = 30) de acordo com os tipos de carga. Quatro grupos foram fraturadas por testes de fadiga dinâmica (0,05 MPa/segundo; 0,1 MPa/segundo; 1,0 MPa/segundo, e; 10 MPa/segundo) em água. Um grupo foi testado com força inerte em óleo de silicone (10 MPa/segundo). A força foi aplicada com dois cilindros posicionados na região central das barras que estavam apoiadas nas extremidades de suporte em 20 mm. As barras planas foram utilizadas para caracterizar os parâmetros de Weibull para os materiais E2C e E2V. Os parâmetros de Weibull refletem a força característica, parâmetro de escala e de dispersão estatística da força (módulo de Weibull), para uma determinada cerâmica. Estes parâmetros foram utilizados para calcular a confiabilidade (probabilidade de fratura em função do tempo) das coroas. Utilizando o programa ANSYS Análise de Elementos Finitos (ANSYS, Canonsburg) foram construídas as coroas de molares medindo 10 x 10 x 5 mm de altura simulando a subestrutura/cobertura com espessura de 0,33 (0,4/1,2 mm), 0,6 (0,6/1 mm), e 1 (0,8/0,8 mm). Uma carga de 500 N foi distribuída na fossa central com ângulos de força horizontal de 35°, 70° e 90°. Os corpos de prova 3D foram refinados no programa ANSYS pelo método de corte vertical simétrico e conteve um total de 2726 3D 20-nodes elementos sólidos (SOLID95) e 10554 nodes. Os elementos fraturaram de acordo com a espessura: 0,4 mm – 717 subestruturas e 1781 coberturas; 0,6 mm – 1048 subestruturas e 1450 coberturas, 0,8 mm – 1392 subestruturas e 1106 coberturas. Em todos os casos 228 elementos foram usados em um suporte de resina epóxica simulando a dentina. A probabilidade de sobrevivência foi calculada usando um *software*CARES/Life (NASA, USA). Para avaliar os parâmetros de Weibull foi utilizado o programa WeibPar (Connectcut Reserve Techno, USA). A média de resistência flexural e desvio padrão foi 247 ± 74,8 MPa para EC2 e 93,9 ± 10,9 MPa para E2V. Na análise de tempo de sobrevivência das cerâmicas, a probabilidade de fratura após dez anos imprimindo as forcas analisadas foram: 12,1% para 0,4 mm; 2,6% para 0,6 mm e 1,4% para 0,8 mm. Utilizando a força de 500 N e a

orientação das forças em três ângulos tentou-se simular as forças de um paciente com extrema parafunção. Concluíram que a redução da espessura da cerâmica de subestrutura de 0,8 para 0,4 mm duplica a probabilidade prevista de fratura em um, cinco e dez anos para as coroas com cargas verticais. Alterar a orientação de carga de 90° a 70° aumenta em dez anos probabilidade de fratura em 79,4 % para as coroas com subestrutura de cerâmica de 0,4 mm de espessura. O estudo foi baseado em várias hipóteses simplificadoras, incluindo perfeita união das cerâmicas de cobertura nas infraestruturas, uma distribuição típica das falhas de processamento, um efeito negligenciável de incompatibilidades residuais de contração térmica e uma perfeita união da coroa no dente do paciente.

Guarda et. al. (2015) analisaram o efeito de dois tratamentos de superfície, fadiga e termociclagem, sobre a resistência à microtração de uma cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max Press®) e um cimento resinoso dual. Para essa pesquisa, foram confeccionados 18 blocos cerâmicos (10 x 7 x 3 mm) e divididos em seis grupos (n = 3): os grupos 1, 2 e 3 foram jateados por cinco segundos com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50 µm; os grupos 4, 5 e 6 foram condicionadas com HF 10% por 20 segundos. Um agente de união silano foi aplicado nas amostras e secadas durante cinco segundos, e os blocos cerâmicos foram unidos a um bloco de compósito Tétric N-Ceram® (Ivoclar Vivadent) com o cimento resinoso RelyX™ ARC (3M ESPE) sob uma carga estática de 500 g por dois minutos. O excesso de cimento foi removido com uma *microbrush* descartável, fotopolimerizado por quatro direções utilizando períodos de ativação de luz por 40 segundos cada. Para a fotopolimerização, foi usada uma unidade de LED (UltraLume LED 5, Ultradent) e por último, a partir da superfície superior também por 40 segundos. Todas as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 horas. Grupos 2 e 5 foram submetidos a 3.000 ciclos térmicos entre 5°C e 55°C, e os grupos 3 e 6 foram submetidos a um teste de fadiga de 100.000 ciclos de 2 Hz. Os corpos de prova foram seccionados perpendicularmente à zona de união para obter feixes com uma área de secção transversal de 1 mm (2) (30 feixes por grupo) e submetidos a um teste de resistência de união em uma máquina de ensaio (Teste EZ) a uma velocidade de 0,5 mm/minuto. Os dados foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey (p ≤ 0,05). Os valores de resistência à microtração (MPa) foram 26,9 ± 6,9, 22,2 ± 7,8, e 21,2 ± 9,1 para os grupos 1-3 e, 35,0 ± 9,6, 24,3 ± 8,9, e 23,9 ± 6,3 para os grupos 4-6. Para o grupo controle, testes de fadiga e ciclagem

térmica mostrou uma predominância de falhas adesivas. A fadiga e ciclagem térmica diminuíram significativamente a resistência de união para ambos os tratamentos de superfície, quando comparado com os grupos controle.

Inokoshi et al. (2013) avaliaram o efeito do pré-tratamento de superfície mecânica e química na união e na longevidade de dois cimentos compostos de ZrO<sub>2</sub> dental. Foram confeccionados blocos de IPS e.max ZirCAD<sup>®</sup> medindo 2 mm x 2 mm x 7,5 mm e após sinterizados os corpos de prova mediram 1,6 mm x 1,6 mm x 6 mm. Metade dos corpos de prova foram submetidos ao jateamento com sílica (CoJet<sup>®</sup>) e a outra metade não sofreu tratamento mecânico. Em seguida as amostras de ZrO<sub>2</sub> foram tratadas usando duas marcas de silano/MDP (Clearfil CeramicPrimer<sup>®</sup> e MonobondPlus<sup>®</sup>). Finalmente os blocos de ZrO<sub>2</sub> pré-tratados de forma idêntica foram unidos usando dois tipos de cimento: Clearfil Esthetic Cement<sup>®</sup> convencional ou cimento com MDP (Panavia F2.0<sup>®</sup>). As amostras foram cortadas na interface com uma formade ampulheta cilíndrica e armazenado durante sete dias em água destilada (37,8°C) e em seguida foram expostas aleatoriamente para um dos três protocolos de envelhecimento adotados: 1 – imersas em água 37,8°C por dez dias; 2 – submetidas a 10.000 termociclos; 3 – imersas em água 37,8°C durante seis meses. Após a armazenagem foram feitos testes de microtração e o resultado foi determinado em MPa. Também foram feitas análises fractográficas utilizando MEV. A análise Weibull apresentou na escala parâmetros maiores valores para a combinação de CoJet<sup>®</sup>/Clearfil Ceramic Primer<sup>®</sup>/Panavia F2.0<sup>®</sup>/dez dias. Enquanto o cimento Clearfil Esthetic Cement<sup>®</sup> unido na ZrO<sub>2</sub> usando ou não jateamento (CoJet<sup>®</sup>) apresentaram os menores valores. O jateamento pareceu indispensável para melhorar a união do cimento à base de MDP, Panavia F2.0<sup>®</sup>. Concluíram que, combinando o tratamento mecânico com o pré-tratamento químico obteve-se a melhor e mais duradoura união com a ZrO<sub>2</sub> e que poderia ser usado como um procedimento padrão durável para união da ZrO<sub>2</sub>.

Revisando a literatura sobre cerâmicas ácido resistentes e a busca por cimentação resinosa adesiva, Malheiros, Fialho e Tavares (2013) abordaram os recursos utilizados, atualmente, na busca por uma união adesiva entre cerâmicas policristalinas e o cimento resinoso. Buscaram também discutir a efetividade da cimentação, já que existe uma compactação entre os cristais das cerâmicas policristalinas, o que não permite o condicionamento ácido e inviabiliza a obtenção de

uma cimentação resinosa adesiva. As pesquisas que objetivam a efetividade da cimentação adesiva para cerâmicas ácido resistentes ressaltam cada vez mais a necessidade de utilizar uma associação de métodos que em conjunto aumentem a força adesiva, permitindo sua durabilidade. Buscar um tipo de tratamento de superfície, a forma de descontaminar a cerâmica, e o cimento utilizado são os pontos-chaves, e por isso, têm sido associados com diferentes formas de tratamentos para buscar maior efetividade. A cimentação adesiva envolve basicamente uma interrelação entre o tratamento de superfície, limpeza dos aderentes e, obviamente, a seleção adequada do agente de cimentação. Muitos autores defendem a criação de rugosidade da superfície com a utilização de abrasivos como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , mas algo que frequentemente se discute é o tamanho das partículas usadas. As maiores são mais efetivas, por outro lado podem causar danos estruturais. Ao que tudo indica, é preferível trabalhar com partículas menores e, se necessário, aumentar a pressão como forma de obter maior efetividade, principalmente se a cerâmica for  $\text{ZrO}_2$  estabilizada por ítrio (Y-TZP), pois grandes impactos na superfície desta cerâmica induzem a sua mudança estrutural, o que pode comprometer sua resistência. Outro método de tratamento superficial é o jateamento com sílica (silicatização), influenciado também pelo tamanho e a pressão utilizados para o jateamento da superfície. O uso de lasers ou substâncias aquecidas parece ser efetivo; contudo ainda há dúvidas de como agem e por isso são necessárias mais pesquisas para que um protocolo seja melhor definido. Nem todo laser é efetivo, pois o de Nd:YAG não consegue alterar de forma satisfatória a superfície cerâmica; o laser de carbono e o Er:YAG são boas opções, mas não devem ser utilizados após jateamento; se isto for feito, ao invés de aumentar a força adesiva, ocorrerá uma diminuição pela eliminação das rugosidades obtidas, previamente, com o jateamento. Deve-se tomar o cuidado com a descontaminação da superfície contaminada por óleos de compressores, saliva ou outros agentes, pois diminuem a união entre o cimento e a prótese. Para a descontaminação, o uso de jato de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ou ultrassom podem ser viáveis, mas a utilização de substâncias como álcool e acetona podem prejudicar a união com os cimentos resinosos. Ressaltaram que, devido a diferenças estruturais é mais provável que o protocolo de cimentação varie em decorrência do tipo de cerâmica usada. Outra tendência é que seja utilizada uma associação de métodos dentro do protocolo de cimentação para alcançar o objetivo da adesão.

Aboushelib e Sleem (2014) avaliaram a influência da estrutura interna de uma cerâmica de dissilicato de lítio (PMA) sobre a resistência à microtração de um adesivo de resina usando dois tratamentos de superfície. Para a pesquisa, foram confeccionados blocos de três tipos e foram seccionados (4 mm de espessura), utilizando uma máquina de corte de precisão. Os materiais cerâmicos de dissilicato de lítio dos blocos foram: IPS Empress 2<sup>®</sup>, IPS e.max CAD<sup>®</sup>, e Celtra<sup>®</sup> (zircônia reforçada). Cortes blocos receberam um tratamento térmico de cristalização, conforme sugerido pelos fabricantes. Dois tratamentos de superfície foram realizados em cada grupo: condicionamento HF e de abrasão por jateamento com esferas de vidro de 50 µm, enquanto a superfície de corte como serviu como controle. As superfícies tratadas foram examinadas por MEV. Os discos foram revestidos com silano e unidos a discos de resina composta (Tétric EvoCeram<sup>®</sup>), utilizando um adesivo de resina (Variolink II<sup>®</sup>) e, em seguida, armazenados em água durante três meses. Os corpos de prova colados foram seccionados em microbarras (1 x 1 x 6 mm) e os testes de microtração (MTBS) foram realizados. Os dados foram analisados por meio de ANOVA e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). A análise estatística revelou diferenças significativas nos valores de microtração, entre os diferentes tratamentos de superfície ( $F = 232, p < 0,001$ ), e da interação entre materiais e tratamentos de superfície ( $F = 10,6, p < 0,001$ ). O resultado de microtração da cerâmica Celtra<sup>®</sup> ( $30,4 \pm 4,6$  MPa) foi significativamente maior do que ambos IPS Empress 2<sup>®</sup> ( $21,5 \pm 5,9$  MPa) e cerâmica IPS e.max CAD<sup>®</sup> ( $25,8 \pm 4,8$  MPa), que tiveram valores MTBS quase comparáveis. A análise em MEV demonstrou matriz vítrea homogênea e enchimentos de reforço de ZrO<sub>2</sub> característicos da cerâmica Celtra<sup>®</sup>. O tratamento térmico resultou em crescimento e maturação de cristais de dissilicato de lítio. A abrasão por jato resultou em abrasão da matriz de vidro e exposição de cristais dissilicato de lítio, enquanto decapagem HF produzida uma superfície microrrugosa, que resultaram em maiores valores MTBS e redução da percentagem de falhas do adesivo para todos os grupos. A resistência de união à cerâmica dissilicato de lítio depende de tratamento de superfície adequada e na composição química do vidro cerâmico.

Em uma revisão sistemática, Pieger, Salman e Bidra (2014) analisaram em curto prazo (1 a 5 anos) e médio prazo (5 a 10 anos), as taxas de sobrevivência de coroas de dissilicato de lítio individuais e fixas parciais. Uma busca eletrônica por artigos na literatura de língua Inglês, publicados entre janeiro de 1998 e junho de 2013

foi realizada na PubMed. Depois de aplicar os critérios de inclusão e exclusão, a lista definitiva dos artigos selecionados foi adequada apenas para o cálculo da taxa de intervalo de sobrevivência e taxa sobrevivência acumulada. A busca eletrônica resultou em 2.033 artigos. A aplicação sistemática de critérios de inclusão e exclusão resultou em 12 estudos clínicos que abordaram os desfechos clínicos de restaurações de dissilicato de lítio. Destes, dois foram ensaios controlados randomizados, cinco eram de estudos prospectivos, um foi um estudo retrospectivo e quatro estudos eram de natureza descritiva. Todos os 12 estudos com relatos em restaurações de dissilicato de lítio sobre dentes. A taxa de sobrevivência cumulativa de dois anos para coroas individuais foi 100%, e a taxa de sobrevivência cumulativa de cinco anos foi de 97,8%. A taxa de sobrevivência cumulativa de dois anos para próteses parciais fixas foi de 83,3%, e a taxa de sobrevivência cumulativa após cinco anos foi de 78,1%. A taxa de sobrevivência acumulada ao longo de um período de dez anos, principalmente devido aos dados do estudo 1, foi de 96,7% para coroas individuais e 70,9% para próteses dentárias fixas. Para as coroas individuais de dissilicato lítio, a evidência existente indica excelentes taxas de sobrevivência de curto prazo, mas a evidência da sobrevivência a médio prazo é limitada. Para o uso de dissilicato de lítio em próteses parciais fixas, a evidência para a sobrevivência de curto prazo é boa, embora limitada, mas a evidência para a sobrevivência de médio prazo não é promissora. As maiorias das falhas em ambos os tipos de restaurações foram relatadas na região posterior.

Silva et al. (2014) analisaram *in vitro* e *in vivo*, o desempenho de restaurações de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio (LDGC) e óxido de zircônia policristalino tetragonal Y-TZP no que diz respeito a confiabilidade, desempenho clínico e resistência à abrasão. No estudo *in vitro*, quatro grupos de LDGC, Y-TZP e coroas metalocerâmicas foram submetidos ao teste de stresse por fadiga. Quatro pesquisadores avaliaram, *in vivo*, o desempenho das restaurações à base de óxido de zircônio e LDGC em quatro e sete anos, respectivamente. Além disso, realizaram um ensaio clínico randomizado, controlado para analisar a perda volumétrica de esmalte e ou superfícies antagonistas de cerâmica. As coroas LDGC exibiram os mais elevados valores no teste de fadiga até a falha. Os resultados do estudo *in vivo* mostraram que o desempenho clínico de restaurações LDGC, em quatro anos, era comparável à das coroas de óxido de zircônio em sete anos. Os resultados do ensaio



clínico controlado randomizado, *in vivo*, mostraram que as coroas LDGC não só eram resistentes ao desgaste como também não causaram danos ao esmalte antagonista. As coroas LDGC *in vitro* e *in vivo* mostraram uma alta durabilidade, essas coroas foram conservadoras na oposição dentição natural. Concluíram que coroas de óxido de zircônio e LDGC são clinicamente aceitáveis para o tratamento de dentes que necessitam de restaurações com coroas totais. Além disso, os materiais LDGC exibem excelente desempenho clínico, bem como demonstram compatibilidade e abrasão aceitável com antagonistas naturais.

Para avaliar a resistência de união a microtração, Bottino et. al. em 2015 pesquisaram a estabilidade de uma cerâmica reforçada por leucita depois de diferentes tratamentos de superfície. Para o teste de microtração foram confeccionados 40 blocos cerâmicos (5x5x6 milímetros) distribuídos em cinco grupos (n = 8), de acordo com os protocolos de condicionamento de superfície: NE somente polido (Controle); 9HF: ácido hidrofluorídrico (HF) 9% e lavagem; 4HF: HF4% e lavagem; 5HF: HF 5% e lavagem; e 5HF + N:5% + HF5% e neutralizador de lavagem + limpeza em ultrassom. As superfícies cerâmicas foram tratadas com silano. Em seguida, blocos de cimento de resina foram construídos sobre a superfície cerâmica e preparada e armazenado durante 24 horas em água destilada a 37°C. Os espécimes foram então seccionados para obtenção feixes de microtração (32/bloco), que foram aleatoriamente distribuídos às seguintes condições, não envelhecido (teste de imediato) e envelhecido (armazenamento de 150 dias em água, mais de 12.000 ciclos térmicos), antes do teste de microtração. Os resultados obtidos nos testes de microtração foram submetidos ao ANOVA de uma via e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Amostras de cerâmica de cada grupo foram submetidas a um microscópio eletrônico de varredura (N = 2) e microscopia de força atômica (n = 2). O envelhecimento das amostras conduziu a uma diminuição estatisticamente significativa nos resultados do MTBS para todos os grupos, com exceção do grupo de cerâmica não tratada (NE). Entre os grupos submetidos às mesmas condições de envelhecimento, a não tratada (NE) obteve valores inferiores em MTBS quando comparadas com os grupos 9HF e 4HF. O 5HF e 5HF + N que apresentaram valores médios intermédios, sendo estatisticamente semelhantes aos valores mais elevados apresentados pelos grupos 9HF e 4HF. O procedimento de neutralização usado não melhorou a força de

aderência do cimento cerâmica / resina. O condicionamento ácido HF é um passo crucial para união de resina / cerâmica.

Lise et al. (2015) investigaram o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico (HF), solução de silano e aplicação de sistema adesivo na resistência de união ao microcisalhamento ( $\mu$ SBS) de cerâmica de dissilicato de lítio (LD) com três tipos cimentos. Para essa pesquisa foram delimitadas áreas de união circulares nas superfícies de pastilhas de dissilicato de lítio, utilizando uma fita adesiva perfurada. As amostras foram distribuídos em 18 subgrupos ( $n = 12$ ) de acordo com o tratamento de superfície: NT = nenhum tratamento; IC = 4,8% de HF durante 20 segundos; solução de silano: (1) ausência de silano; (2) Monobond Além disso, uma solução de silano / 10-Metacrilóiloxidecil dihidrogeno fosfato durante 60 segundos; (3) Monobond Plus + F Excite DSC, um adesivo dual; e cimento resinoso: (1) Variolink II, um bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (bis-GMA), manualmente misturado, cimento resinoso dual; (2) Multilink Automix, uma base-bis-GMA, auto-misturado, cimento resinoso dual; (3) RelyX Unicem 2, um auto-adesivo, auto-misturado, cimento resinoso dual. Tubos de Tygon ( $\varnothing = 0,8$  mm) foram utilizados como matrizes de cilindro para aplicação cimento resinoso. Após 24 horas de armazenamento de água, os espécimes foram submetidos ao teste  $\mu$ SBS. Modo de falha foi avaliada sob um microscópio óptico e classificada como adesiva, mista, coesa em cimento resinoso, ou coesa em cerâmica. Os dados foram analisados estatisticamente com a Anova tres fatores e teste de Dunnett ( $p < 0,05$ ). Quando os meios foram combinadas para o tratamento de superfície, HF resultou em um número significativamente mais elevados do que os  $\mu$ SBS NT ( $p < 0,0001$ ). Em relação à utilização de uma solução de silano, os valores médios obtidos com  $\mu$ SBS Monobond Plus e Monobond Plus + excitar F DSC não foram significativamente diferentes mas foram mais elevados do que os obtidos sem silano ( $p < 0,001$ ). Considerando-se o cimento resinoso fator, Variolink II resultou em um número significativamente mais elevados do que as médias  $\mu$ SBS RelyX Unicem 2 ( $p < 0,03$ ). Os  $\mu$ SBS médios para Multilink Automix não foi significativamente diferente das dos Variolink II e RelyX Unicem 2. De acordo com o teste post hoc de Dunnett ( $p < 0,05$ ), não houve diferença significativa em  $\mu$ SBS entre diferentes cimentos e silanizada-condicionadas com HF (com ou sem aplicação de adesivo) superfícies LD. Concluiu-se que LD pode beneficiar de pré-tratamento da superfície interna com HF e silanização, independentemente do cimento resinoso utilizado.

Neto et al em 2015 avaliaram a influência de várias concentrações de ácido fluorídrico (HF) na superfície / morfologia interface e força de união ao microcisolamento ( $\mu$ SBS) entre as cerâmicas IPS Empress Esthetic (EST) (Ivoclar Vivadent) e IPS e.max Pressione (EMX) (Ivoclar Vivadent) e cimento resinoso. Para a pesquisa foram confeccionados Blocos cerâmicos e foram divididos em 12 grupos para cada tipo de cerâmica. Seis diferentes concentrações de HF foram avaliados: 1%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10% e 15%. Todos os grupos foram silanizados depois do tratamento de superfície, e metade das amostras de cada grupo recebeu uma fina camada de resina fluida (UR). Três cilindros com cimento de resinoso foram preparados em cada bloco cerâmico para testes  $\mu$ SBS. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37 ° C durante 24 horas. O teste  $\mu$ SBS foi realizado em uma máquina de ensaio universal, a uma velocidade de 0,5 mm / min, até fratura. Os dados foram submetidos à Anova dois fatores e as comparações múltiplas foram realizadas através do teste de Tukey post hoc ( $p < 0,05$ ). As superfícies tratadas e a interface de união foram avaliadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. As médias  $\mu$ SBS (MPa) para 1%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10%, e 15% de HF concentrações eram, respectivamente, 25.2, 27.2, 30.1, 31.4, 33.3, e 31.8. As médias de  $\mu$ SBS significativas com ou sem aplicação UR mediram 32.24 e 27.4, respectivamente; EST e EMX medido de 29.8 e 29.9, respectivamente. Para as concentrações de HF, 10% e 15% mostraram  $\mu$ SBS mais elevados do que os meios de 1% e 2,5% ( $p < 0,05$ ); 7,5% foi superior a 1% ( $p < 0,05$ ); e não foram encontradas diferenças estatísticas entre as outras concentrações ( $p > 0,05$ ). Ao avaliar UR,  $\mu$ SBS média foi significativamente maior e melhor infiltração foi observada nas superfícies tratadas. Não foi encontrada diferença estatística entre as cerâmicas. A concentração de HF e UR influenciou a resistência de união e morfologia da superfície / interface.

### 3 PROPOSIÇÃO

Partindo do princípio que as cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio possuem superfície extremamente lisa e uniforme, este estudo teve como objetivos:

- Analisar, através de microscopia óptica confocal, se as variações da concentração e do tempo de exposição aos ácidos, fluorídrico e fosfórico, influenciariam na rugosidade superficial de uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio;
- Verificar, por meio do teste de microcisalhamento, se as variações da concentração e do tempo de exposição aos ácidos, fluorídrico e fosfórico, influenciariam na resistência de união de uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio cimentada com um cimento resinoso autoadesivo.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

Os materiais utilizados na pesquisa encontram-se especificados no Quadro 1.

Quadro 1 – Materiais utilizados, composição e fabricante.

Nome comercial	Composição	Fabricante
IPS e.max Press	Cerâmica vítrea de dissilicato de lítio e componentes adicionais: $\text{Li}_2\text{O}$ , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{MgO}$ , $\text{ZnO}$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ e outros óxidos.	Ivoclar - Vivadent
Ácido hidrofúorídrico 10%	10% de HF.	Dentsply
Ácido hidrofúorídrico 5%	5% de HF.	Ivoclar - Vivadent
Ácido fosfórico 37%	37% de $\text{H}_3\text{PO}_4$ .	Dentsply
Silano RelyX Ceramic Primer 2721	$\text{H}_2\text{O}$ , etanol e metacril oxipropiltrimetoxisilano (MPS).	3M ESPE
Cimento RelyX U200	Pasta base: monômeros metacrilatos contendo grupos de ácidos fosfóricos; monômeros metacrilatos com cargas silanizadas; componentes iniciadores; estabilizantes e aditivos. Pasta catalizadora: monômeros metacrilatos; cargas alcalinas (base); cargas silanizadas; pigmentos; componentes iniciadores; estabilizantes.	3M ESPE

## 4.2 Métodos

Foram confeccionadas cem pastilhas de cerâmica de dissilicato de lítio IPS e.max Press (MO A2, Ivoclar Vivadent AG, Schann, Liechtenstein), de acordo com as instruções fornecidas pelo fabricante.

Para a obtenção das pastilhas, foram confeccionados padrões de cera (7 x 2 mm) (Figura 1A). Em cada pastilha foi colocado um conduto de alimentação (*Sprue*), unido em um anel de inclusão (IPS Pressvest Speed Powder, Ivoclar Vivadent®) e incluído em revestimento IPS Pressvest Speed Powder (Ivoclar Vivadent®). A cera foi eliminada em forno para anéis (FV3, EDG, São Carlos, Brasil) pré-aquecido a 850°C. Após o tempo de carbonização e eliminação da cera, os lingotes de IPS e.max Press® foram introduzidos no cadinho do anel juntamente com um êmbolo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e levado ao forno automático (EP 600; Ivoclar Vivadent®), onde foram fundidos a 920°C e automaticamente prensados usando o programa padrão do fabricante.

Depois de prensadas e resfriadas naturalmente até a temperatura ambiente, as pastilhas de cerâmica foram removidas do revestimento usando um equipamento de jateamento Powerjet (EDG, São Carlos, São Paulo), inicialmente com um jato com esferas de vidro de 50 µm a 4 bar de pressão e quando se aproximou dos discos, a pressão foi reduzida para 1 bar. Após a eliminação do revestimento, a camada superficial de reação que é formada durante o procedimento de injeção, foi removida usando IPS e.max Press Invex Liquid (Ivoclar Vivadent®) em cuba ultrassônica. As pastilhas foram lavadas com água durante 10 minutos e, em seguida, em água corrente.

Antes de recortar os excessos de cerâmica com um disco diamantado 355F (Horico, Alemanha) (Figura 1B), as pastilhas cerâmicas foram jateadas com partículas de 50 µm de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à pressão de 1 bar.

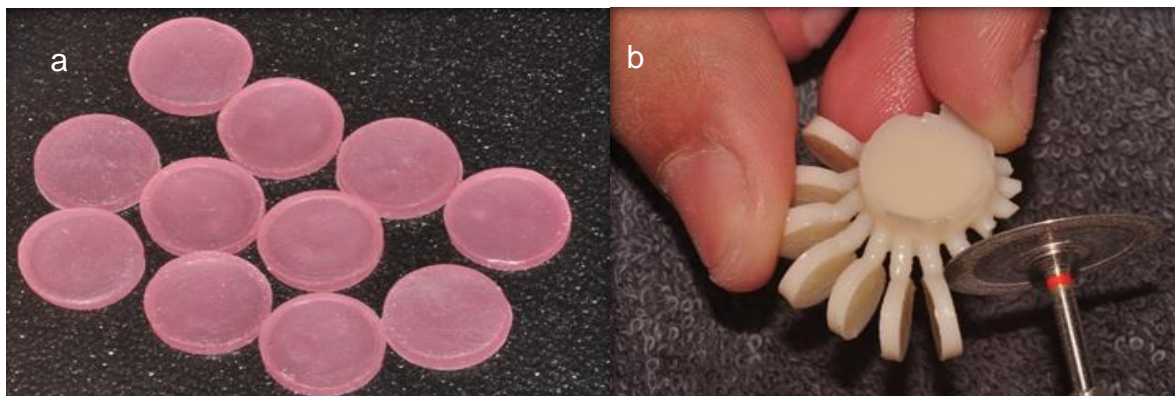


Figura 1 –a) confecção do padrão em cera 7 x 2 mm; b) remoção das pastilhas.

Após o jateamento, as amostras foram novamente lavadas em cuba ultrassônica com água deionizada durante 10 minutos (Figura 2).

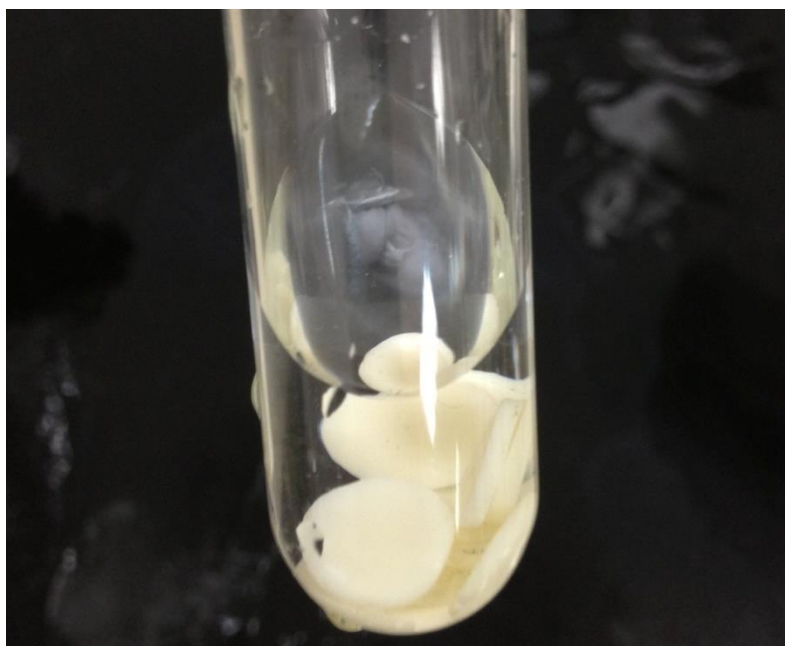


Figura 2 – Limpeza das amostras em cuba ultrassônica.

Na sequência, as pastilhas foram divididas em dez grupos ( $n = 10$ ) de acordo com o tipo de tratamento da superfície (Quadro 2) (Figura 3).

Quadro 2 – Distribuição dos grupos de acordo com o tratamento de superfície

Grupos	Identificação	Tratamento
G1	POL (controle)	Polimento com lixas 300, 600, 1200.
G2	A5/20s	Polimento com lixas 300, 600, 1200 e HF 5% por 20 segundos.
G3	A5/40s	Polimento com lixas 300, 600, 1200 e HF 5% por 40 segundos.
G4	A5/60s	Polimento com lixas 300, 600, 1200 e HF 5% por 60 segundos.
G5	A10/20s	Polimento com lixas 300, 600, 1200 e HF 10% por 20 segundos.
G6	A10/40s	Polimento com lixas 300, 600, 1200 e HF 10% por 40 segundos.
G7	A10/60s	Polimento com lixas 300, 600, 1200 e HF 10% por 60 segundos.
G8	A10/20s/H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Polimento com lixas 300, 600, 1200, HF 10% por 20 segundos e H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 37% por 5 segundos.
G9	A10/40s/H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Polimento com lixas 300, 600, 1200, HF 10% por 40 segundos e H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 37% por 5 segundos.
G10	A10/60s/H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Polimento com lixas 300, 600, 1200, HF 10% por 60 segundos e H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 37% por 5 segundos.



Figura 3 – Condicionamento ácido das pastilhas do G2 (A10/20s).



Após o condicionamento ácido as pastilhas foram lavadas em água corrente e colocadas em substância neutralizante por 5 minutos (Figura 4).

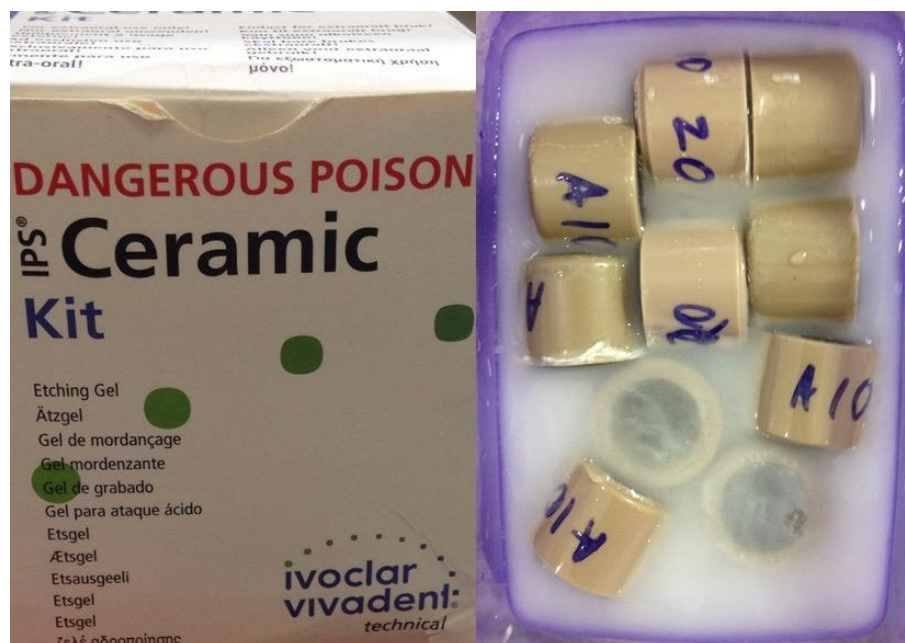


Figura 4 – Neutralização das pastilhas do G2 (A10/20s).

### 4.3 Análise da rugosidade superficial

A análise da superfície foi feita em microscópio ótico confocal Axio 700 CSM (Carl Zeiss AG, Alemanha) para verificar os picos de rugosidade e a rugosidade média ( $R_a$ ).

Os valores obtidos ( $\mu\text{m}$ ) foram submetidos à análise estatística ANOVA dois fatores e as médias comparadas pelo teste de Tukey com 5% de significância.

Duas pastilhas aleatórias, representando cada grupo, foram selecionadas e metalizadas para análise da morfologia superficial em MEV (EVO 10, Carl Zeiss AG, Alemanha) e outras pastilhas, também representativas de cada grupo, foram analisadas em microscópio de força atômica (MFA) (Easyscan 2, Nanosurf, Suíça).

#### 4.4 Teste de resistência de união

Sobre as superfícies devidamente tratadas, foi aplicado o Silano RelyX Ceramic Primer (2721, 3M, USA) e aguardou-se 1 minuto para que se realizasse a cimentação de três cilindros em cada pastilha (n = 30).

Para confecção dos cilindros (*Tygon*), foi utilizado uma sonda uretral de PVC siliconada (nº. 06, Embramed®) de 1,1 mm de diâmetro de luz (0,95 mm<sup>2</sup>). A sonda foi recortada em 3 mm de comprimento, utilizando uma lâmina de bisturi (15C, Swann Morton®). Cada cilindro foi preenchido com o cimento resinoso autocondicionante (RelyX U200, 3M, USA) utilizando uma seringa Centrix (SDR, Dentsply Inc.) e imediatamente posicionado na vertical com um lado da luz do cilindro virado para a superfície tratada, fazendo com que o cimento do interior do cilindro tocasse a superfície da cerâmica (Figura 5). Cada cilindro foi pressionado e fotoativado por 60 segundos utilizando um aparelho fotopolimerizador de luz emitida por diodo (Bluephase, Ivoclar Vivadent®).

Após a remoção dos excessos, os corpos de prova (n=30) foram armazenados em água deionizada por 24 horas em estufa a 37°C.

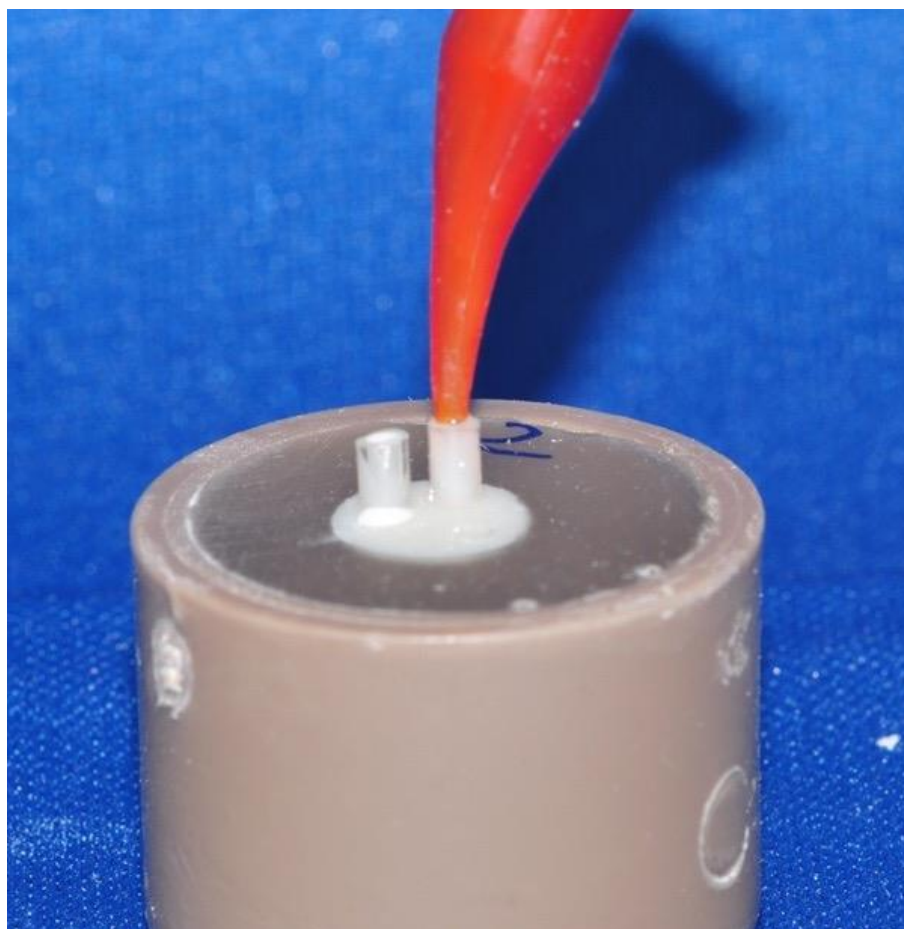


Figura 5 – Confeção dos cilindros (*Tygon*).

Após esse período, os corpos de prova foram submetidos ao teste de microcisalhamento em uma máquina de ensaios universal (Emic DL 2000<sup>®</sup>) com velocidade de 1 mm/minuto até que ocorresse a fratura.

Os valores obtidos no teste de microcisalhamento (MPa) foram submetidos à análise estatística ANOVA de dois fatores e as médias comparadas pelo teste de Tukey com 5% de significância.

Todas as superfícies fraturadas foram levadas ao estereomicroscópio (SZ, STMPRO<sup>®</sup>) com aumento de 50 vezes para verificar o padrão de falha ocorrido (adesiva, coesiva ou mista).

Alguns corpos de prova com fraturas significativas de cada tipo de falha foram metalizados e levados ao MEV (EVO 10 Carl Zeiss AG, Alemanha).

## ARTIGO

### **Título – Efeito de diferentes tratamentos ácidos na rugosidade superficial e na resistência de união da cerâmica de dissilicato de lítio<sup>1</sup>**

João Paulo Sudré<sup>a</sup>, Bruno Salles Sotto-Maior<sup>b</sup>, Cláudio Luis Melo-Silva<sup>c</sup>, Neuza Maria Souza Picorelli Assis<sup>d</sup>, Luciana Andrea Salvio<sup>e</sup>.

## RESUMO

**Declaração do Problema.** Cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio possuem superfície extremamente lisa e uniforme tornando-se necessário o tratamento da mesma para melhorar a união com o cimento resinoso.

**Objetivo.** Avaliar as variações da concentração e do tempo de exposição aos ácidos, hidrófluorídrico (HF) e fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), na rugosidade superficial e resistência da união de uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio.

**Materiais e Métodos.** Foram confeccionadas cem pastilhas da cerâmica IPS e.max Press e divididas em dez grupos (n = 10) de acordo com o tratamento de superfície: G1, controle, sem tratamento; G2, G3 e G4 condicionamento com HF 5% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente; G5, G6 e G7, condicionamento com HF 10% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente; G8, G9 e G10 condicionamento com HF 10% por 20, 40 e 60 segundos respectivamente e, posteriormente, condicionamento com ácido fosfórico 37% por 5 segundos. A análise da rugosidade superficial foi feita em microscópio ótico confocal. Para a análise de resistência de união ao microcissalhamento, após a aplicação de silano RelyX Ceramic Primer<sup>®</sup> foram cimentados três cilindros em cada pastilha com o cimento resinoso RelyX<sup>™</sup> U200 (n = 30). Os corpos de prova foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24 horas e submetidos ao teste de microcissalhamento. Os valores da rugosidade e resistência de união foram submetidos à análise estatística ANOVA dois fatores e as médias comparadas pelo teste de Tukey com 5% de significância.

**Resultados.** A rugosidade foi influenciada pela concentração ( $p < 0.001$ ), tempo de aplicação do ácido ( $p < 0.001$ ) e a interação dos dois fatores ( $p < 0.001$ ). A resistência de união foi afetada pelo tempo de aplicação ( $p < 0.001$ ) e pela interação dos fatores ( $p < 0.001$ ). O tratamento de superfície com HF 10% com 40 s (G6) apresentou o maior valor de rugosidade ( $2,05\mu\text{m} \pm 0,107$ )

---

<sup>1</sup> Formatado com base na norma do periódico: [Operative Dentistry](#)

<sup>a</sup> Mestrando em Clínica Odontológica, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil.

<sup>b</sup> Professor Adjunto, Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade Federal de Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil.

<sup>c</sup> Doutorando pela EEIMVR – Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>d</sup> Professora Associada, Departamento de Clínica Odontológica, Universidade Federal de Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil.

<sup>e</sup> Professora Associada, Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade Federal de Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil.

e o grupo controle o menor ( $0,567 \mu\text{m} \pm 0,057$ ). A resistência de união apresentou o mesmo padrão de comportamento da rugosidade.

**Conclusão.** O condicionamento das cerâmicas de dissilicato de lítio é capaz de alterar a morfologia de suas superfícies tornando-se essencial para a resistência de união.

## INTRODUÇÃO

A Odontologia restauradora atual combina conceitos estéticos e conservadores. A introdução de cerâmicas ácido-condicionáveis no início de 1980 permitiu, ao mesmo tempo, preservar a estrutura dentária, proporcionar maior longevidade clínica e elevada satisfação estética pelo paciente. Dentro deste contexto, laminados cerâmicos e coroas de cerâmica se destacam, tornando-se o procedimento cosmético mais indicado para dentes anteriores devido a excelente estética, durabilidade e biocompatibilidade.<sup>1-2</sup>

Dissilicato lítio é um poderoso e potente agente de carga de uma cerâmica ácido-condicionável, composto por 60-65% de cristais de óxido de lítio ( $\text{Li}_2\text{O}$ ), o que o torna mais resistente que os feldspatos.<sup>3</sup> Assim sendo, torna-se o material de escolha para o tratamento estético, com ou sem infraestruturas.<sup>4-5</sup> No entanto, a característica sensível ao condicionamento ácido está mantida no dissilicato de lítio alterando a morfologia da cerâmica e aumentando a união com o cimento resinoso (REF). O método tradicional de tratamento de superfície é o condicionamento com ácido hidrofúorídrico (HF) em diferentes concentrações e tempos de aplicação.<sup>6-8</sup>

Para o tratamento de superfície da cerâmica, o ácido reage com a matriz vítrea que contém sílica e forma hexafluorosilicatos. Esta matriz vítrea é seletivamente removida e a estrutura de cristal é exposta. Como resultado, a superfície do material cerâmico se torna rugosa, o que é esperado para a retenção micromecânica sobre a superfície da cerâmica.<sup>9</sup>

O sucesso em longo prazo dessas restaurações depende, principalmente, da resistência e durabilidade da união do cimento resinoso com os substratos dentários e com a cerâmica. Esta superfície condicionada, ainda favorece maior energia de superfície disponível antes da

silanização. A aplicação do agente silano sobre a superfície de cerâmica condicionada aumenta as ligações químicas entre os materiais cerâmicos e resinosos, devido às suas características bifuncionais.<sup>10-13</sup> Este processo também promove uma maior molhabilidade sobre a superfície da cerâmica, que por sua vez, aumenta a sua união com os cimentos de resina.<sup>14-16</sup>

No momento, ainda não existe consenso em relação a concentração do ácido e do tempo de condicionamento para o tratamento das superfícies cerâmicas. Também deve ser ressaltado o potencial para formação de fraturas, especialmente em elevadas concentrações e/ou em maior tempo de exposição (Hooshmand, 2012) Além disso, há a produção de sais insolúveis de fluoreto de sílica que podem interferir na união com os cimentos resinosos.<sup>17</sup> Portanto, sugere-se a necessidade de avaliar diferentes concentrações e tempos de aplicação do HF e a combinação deste com H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sobre a rugosidade superficial e resistência da união de uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio com cimento resinoso autoadesivo.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **Delineamento experimental**

#### **Preparação das pastilhas de cerâmica**

Cem pastilhas de cerâmica (7,0 mm de diâmetro x 2,0 mm de espessura) de dissilicato de lítio IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent®), cor MO A2, foram produzidas de acordo com as instruções do fabricante. Padrões circulares em cera foram confeccionados fixando-os ao anel de inclusão (IPS Pressvest Speed Powder, Ivoclar Vivadent®) através do sprue. Os padrões em cera foram incluídos em revestimento IPS Pressvest Speed Powder (Ivoclar Vivadent®) e após a presa, levados ao forno pré aquecido 850°C para completa carbonização da cera. Em seguida, os lingotes de cerâmica foram prensados no interior dos moldes em um forno automático (EP 600; Ivoclar Vivadent®) a 920°C. Após o resfriamento, as amostras foram limpas, jateadas com partículas de 50 µm de óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (EDG, São Carlos, São Paulo) à pressão de 1 bar. As superfícies de todas as amostras foram padronizadas submetendo-as ao polimento

úmido com lixas de carvão de silício com granulação 300, 600 e 1200 (Norton SA, Brasil) e divididas em dez grupos ( $n = 10$ ).

No grupo 1, as superfícies testadas não sofreram tratamento, servindo, assim, como grupo controle. Nos grupos 2, 3 e 4, as superfícies foram condicionadas com HF 5% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente. Nos grupos 5, 6 e 7, as superfícies foram condicionadas com HF 10% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente. E nos grupos 8, 9 e 10 as superfícies foram condicionadas com HF 10% por 20, 40 e 60 segundos, respectivamente, e adicionalmente foram condicionadas com ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) 5% por 5 segundos (Tabela I). As amostras foram, então, lavadas em água corrente e colocadas em substância neutralizante por 5 minutos.

### **Análise de rugosidade**

A rugosidade superficial média ( $R_a$ ) de cada amostra foi mensurada através do microscópio óptico confocal Axion 700 CSM (Carl Zeiss AG, Alemanha). Foram realizadas três leituras em intervalos de  $45^\circ$  na superfície de cada espécime. Os valores médios das três medidas de rugosidade obtidos pelo microscópio óptico confocal ( $\mu m$ ) foram tabulados e posterior analisados. Amostras aleatórias representativas de cada grupo foram selecionadas para análise qualitativa da morfologia superficial em microscopia eletrônica de varredura (MEV) (EVO 10, Carl Zeiss AG, Alemanha)

### **Teste de resistência da união ao microcissalhamento**

Para a realização do teste de microcissalhamento, foram aplicadas nas pastilhas de cerâmica uma camada do agente de união silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, USA) por um minuto seguido pela secagem por 5 segundos. Em seguida, o cimento resinoso autoadesivo (RelyX U200, 3M, USA) foi aplicado no interior de microtubos de silicone (tygons) com auxílio da seringa Centrix (SDR, Dentsply Inc.) que foram posicionados perpendicularmente

sobre a superfície da cerâmica. Foram confeccionados três tygons (3 mm de altura x 0,8 mm<sup>2</sup> de diâmetro) para cada amostra em cada grupo (n = 30). Os cilindros foram fotoativados por 60 segundos com aparelho fotopolimerizador de luz emitida por diodo (Bluephase, Ivoclar Vivadent®). Após, os excessos foram removidos e os corpos de prova armazenados em água deionizada por 24 horas a 37°C. Posteriormente, os corpos de prova foram submetidos ao teste de microcisalhamento em uma máquina de ensaios universal (Emic DL 2000®) com velocidade de 1 mm/minuto até que ocorresse a fratura. Os tipos de falhas foram classificados como adesiva, coesiva ou mista.

### **Análise Estatística**

Os valores de rugosidade e de resistência de união foram submetidos à análise estatística ANOVA dois fatores e as médias comparadas pelo teste de Tukey com 5% de significância.

## **RESULTADOS**

Os valores médios de rugosidade superficial e resistência da união para cada grupo estão listados na Figura 1. A análise estatística ANOVA dois fatores encontrou que a concentração dos ácidos, tempo e a interação entre eles afetaram significativamente a rugosidade superficial (Tabela II). Entretanto, a resistência da união foi influenciada pelo tempo e a interação entre este e a concentração ácida (Tabela III). Isoladamente, a concentração do ácido não influenciou na resistência da união.

Os corpos de prova tratados com HF exibiram estatisticamente maior rugosidade superficial do que o grupo controle ( $p < 0,001$ ), e a concentração ácida de 10% mostrou os maiores valores de rugosidade, 1,44  $\mu\text{m}$ , 2,05  $\mu\text{m}$  e 1,78  $\mu\text{m}$  para 20, 40 e 60 segundos respectivamente ( $p < 0,001$ ). As concentrações de 5% e 10% do HF + H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 37% mostraram valores similares. As imagens em MEV revelaram alterações significativas sobre a superfície



do grupo condicionado com HF em diferentes concentrações e tempo de exposição, manifestada pela maior presença de depressões na concentração de 10% do que nos outros grupos (Figura 2).

Os valores médios de resistência da união estão apresentados na Figura 1. A resistência da união ao microcisalhamento revelou influência significativa do ácido HF sobre a união. O grupo controle apresentou os menores valores de resistência ( $5,25 \pm 1,29$  MPa). A exposição ao tempo de 40 segundos na concentração de 5%, mostrou os maiores valores de resistência da união ( $22,75 \pm 1,97$  MPa). Em todos os corpos de prova do grupo controle a falha observada foi adesiva e/ou mista (Figuras 3, 4).

## DISCUSSÃO

O sucesso clínico de uma restauração em cerâmica depende da qualidade e durabilidade da união entre a cerâmica e o cimento resinoso<sup>3</sup>. A qualidade dessa união é determinada pela capacidade de modificar a superfície da cerâmica o suficiente para torná-la boa receptora dos agentes resinosos cimentantes.<sup>12</sup> Assim sendo, com a modificação morfológica da superfície da cerâmica espera-se promover uma melhor união após a penetração do cimento resinoso em suas microrretenções e polimerização deste in-situ.

No presente estudo, dez diferentes tratamentos de superfície sobre a cerâmica de dissilicato de lítio foram analisados. A alteração da superfície da cerâmica com HF é um processo dinâmico e é dependente de sua constituição, topografia superficial, concentração e tempo de tratamento ácido.<sup>2,4</sup> Os resultados do presente estudo indicaram que a variação na concentração do ácido e o tempo em que este foi aplicado influenciaram na rugosidade superficial, aspecto fundamental para adesividade e sucesso das restaurações de cerâmicas vitreas. A concentração do HF 10% foi a que apresentou maiores níveis de rugosidade superficial mas não apresentou o maior valor de resistência de união. Esta rugosidade deve-se

à presença de cristais de dissilicato de lítio expostos após a solubilização e lixiviação da matriz vítrea pelo ácido e água corrente, respectivamente. Esses cristais aparentes também foram encontrados no estudo de Matinlinna et. al., em 2007<sup>15</sup>. Os autores afirmaram que o tratamento de superfície com HF deve ser usado quando a cerâmica apresentar uma matriz vítrea contendo sílica ou silicatos, pois, inicialmente, o tetrafluoreto de silício é formado. Este, por sua vez, combina-se com o HF para formar o hexafluorsilicato (íon de um polímero solúvel complexo), o qual reage com os prótons de hidrogênio para formar o tetrafluorsilicato ácido, um produto que pode ser enxaguado com água. Esta reação produz microrretenções na superfície da cerâmica, na qual os agentes cimentantes podem penetrar e, após a polimerização, formar uma boa união micromecânica.<sup>9,16</sup> Ainda, de acordo com Kern et al.,<sup>8</sup> o tratamento de superfície da cerâmica aumenta a área superficial disponível para união, e possibilita um melhor molhamento pelo aumento da energia de superfície.<sup>8,10</sup>

Entretanto, ao se analisar a resistência da união, pode-se observar que esta foi influenciada pelo tempo de condicionamento ácido e pela interação deste com a concentração. Os grupos que obtiveram as maiores médias de resistência da união ao microcislamento foram os que apresentaram mais falhas do tipo coesiva no cimento, sugerindo que a união do cimento com a cerâmica foi realmente eficiente. Este fato corrobora com Fabianelli et. al.,<sup>11</sup> que demonstraram que os maiores valores de resistência de união apresentaram falhas predominantemente coesivas. No presente estudo, os grupos que apresentaram as menores médias de resistência da união ao microcislamento apresentaram falhas adesivas ou mistas (figuras 3 e 4).

O grupo que apresentou a maior média de resistência da união foi o G3 (HF 5%/40 segundos) seguido pelo G6 (HF 10% /40 segundos). Estes foram condicionados com ácido em diferentes concentrações, porém, pelo mesmo tempo de 40 segundos. No entanto, o aumento do tempo de exposição ao ácido para 60 segundos promoveu menor resistência de união e

rugosidade quando comparados a exposição de 40 segundos para as concentrações de 5 e 10%. Esse aumento do tempo de exposição promoveu destruição parcial dos cristais de dissilicato de lítio (Figura 2), diferentemente dos grupos condicionados somente com HF por 40 segundos, em que os cristais se apresentavam expostos na superfície, porém com aparência íntegra (Figura 2). Estes achados também foram relatados no estudo de Kern et al em 2009.<sup>8</sup>

No grupo condicionado com HF 10% por 60 segundos mais 5 segundos de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 37%, os picos e vales diminuíram em relação ao grupo condicionado por 40 segundos. Isso porque os picos dos cristais de dissilicato de lítio que estavam parcialmente destruídos pelo HF foram dissolvidos e o material depositado em seus vales (Figura 2).

Para a união da cerâmica com o cimento resinoso autoadesivo, o fabricante sugere tratamento da superfície da cerâmica e a utilização de silano; desta forma todos os grupos sofreram a aplicação do silano recomendado pelo fabricante. Segundo Kern et al.,<sup>8,13</sup> as propriedades autocondicionantes e autoadesivas dos cimentos resinosos atuais estão relacionadas à sua ação no substrato dental. A restauração de cerâmica vítrea, ao contrário, continua necessitando de um tratamento prévio de sua superfície interna, que consiste basicamente em abrasão por jatos de óxido de alumínio e/ou condicionamento com um ácido forte e aplicação de silano, antes da inserção do cimento.<sup>5,14</sup>

## CONCLUSÃO

Frente aos fatos apresentados no presente estudo, a concentração e o tempo de exposição aos ácidos influenciaram na rugosidade superficial da cerâmica e na resistência da união ao microcisolamento. Assim sendo, o tratamento de superfície é indispensável para a cimentação entre cerâmica de dissilicato de lítio e cimento autoadesivo.

## REFERÊNCIAS

1. Lise D, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes G (2015) Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Oper Dent* **40** (3) 000-000.

2. Land MF & Hopp CD (2010) Survival rates of all-ceramic systems differ by clinical indication and fabrication method. *J Evid Based Dent Pract* **10** (1) 37-8.
3. Sundfeld Neto D, Naves LZ, Costa AR, Correr AB, Consani S, BorgesGA, Correr-Sobrinho L (2015) The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration on the Bond Strength and Morphology of the Surface and Interface of Glass Ceramics to a Resin Cement. *Operative Dentistry In-Press* **40** (3) 000-000.
4. Akyil MS, Yilmaz A, Bayindir F, Duymus ZY (2011) Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Photomed Laser Surg* **29** (3) 197-203.
5. Kermanshah H, Borougeni AT, Bitaraf T (2011) Comparison of the microshear bond strength of feldspathic porcelain to enamel with three luting resins. *J Prosthodont Res* **55** (2) 110-6.
6. Addison O, Marquis PM, Fleming GJ (2007) The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater* **23** (4) 461-8.
7. Guarda GB, Gonçalves LS, Correr AB, Moraes RR, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L (2010) Luting glass ceramic restorations using a self-adhesive resin cement under different dentin conditions. *J Appl Oral Sci.* **18** (3) 244-8.
8. Kern M, Barloi A, Yang B (2009) Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res* **88** (9) 817-22.
9. Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, de Goes MF, Knowles JC (2007) Effect of water storage and surface treatments on the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. *J Prosthodont* **16** (3) 192-9.
10. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio (2009) Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater J* **25** (2) 172-9.
11. Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M (2010) The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent* **38** (1) 39-43.
12. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L (2013) Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent* **38** (1) 208-17.
13. Aboushelib MN & Sleem D (2014) Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives. *J Adhes Dent* **16** (6) 547-52.
14. Kiyani VH, Saraceni CH, Silveira BL, Aranha AC, Eduardo CP (2007) Influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two systems. *Oper Dent* **32** (5) 457-65.

15. Matinlinna JP & Vallittu PK (2007) Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil* **34** (8) 622-30.
16. Bottino MA, Snellaert A, Bergoli CD, Özcan M, Bottino MC, Valandro LF (2015) Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic *OperDent* **40** (2) 40-6.
17. Hooshmand T, Rostami G, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Keshvad A, van Noort R.(2012) Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic *J Dent* **40** (2) 139-45.

Tabela I. Distribuição dos grupos de acordo com o tipo de tratamento.

<i>Grupos</i>	<i>Ácido</i>	<i>Tempo de Exposição (segundos)</i>
<b>1</b>	Ausente	00
<b>2</b>	HF 5%	20
<b>3</b>	HF 5%	40
<b>4</b>	HF 5%	60
<b>5</b>	HF 10%	20
<b>6</b>	HF 10%	40
<b>7</b>	HF 10%	60
<b>8</b>	HF 10% + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 37%	20
<b>9</b>	HF 10% + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 37%	40
<b>10</b>	HF 10% + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 37%	60

Tabela II. Resultados da ANOVA dois fatores para rugosidade superficial (Ra)

	Sum of Square	<i>df</i>	Mean Square	F	<i>p</i> value
Concentração ácida	2.09	2	1.009	238.404	.000*
Tempo	1,883	2	0.942	222.412	.000*
Interação	0.739	4	0.185	43.619	.000*
Resíduo	0.381	90	0,004		
Total	223.972	100			

\*P<.05 denota diferença estatisticamente significativa.

Tabela III. Resultados da ANOVA dois fatores para resistência da união

	Sum of Square	<i>df</i>	Mean Square	F	<i>p</i> value
Concentração ácida	3,314	2	1,657	,627	,537
Tempo	322,717	2	161,359	61,027	,000*
Interação	357,508	4	89,377	33,803	,000*
Resíduo	237,964	90	2,644		
Total	29711,117	100			

\* $P < .05$  denota diferença estatisticamente significativa.

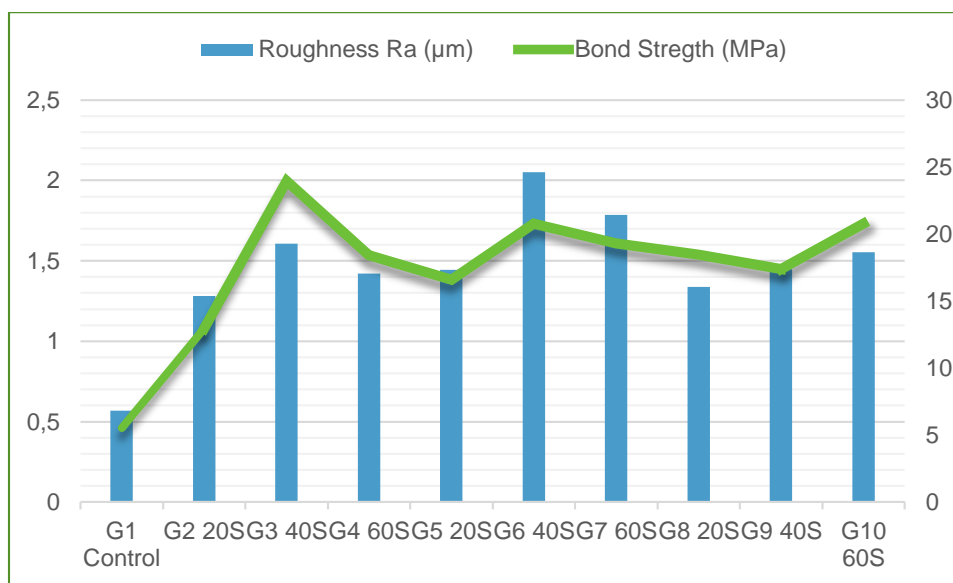


Figura 1 – Valores médios de rugosidade e resistência da união para cada grupo

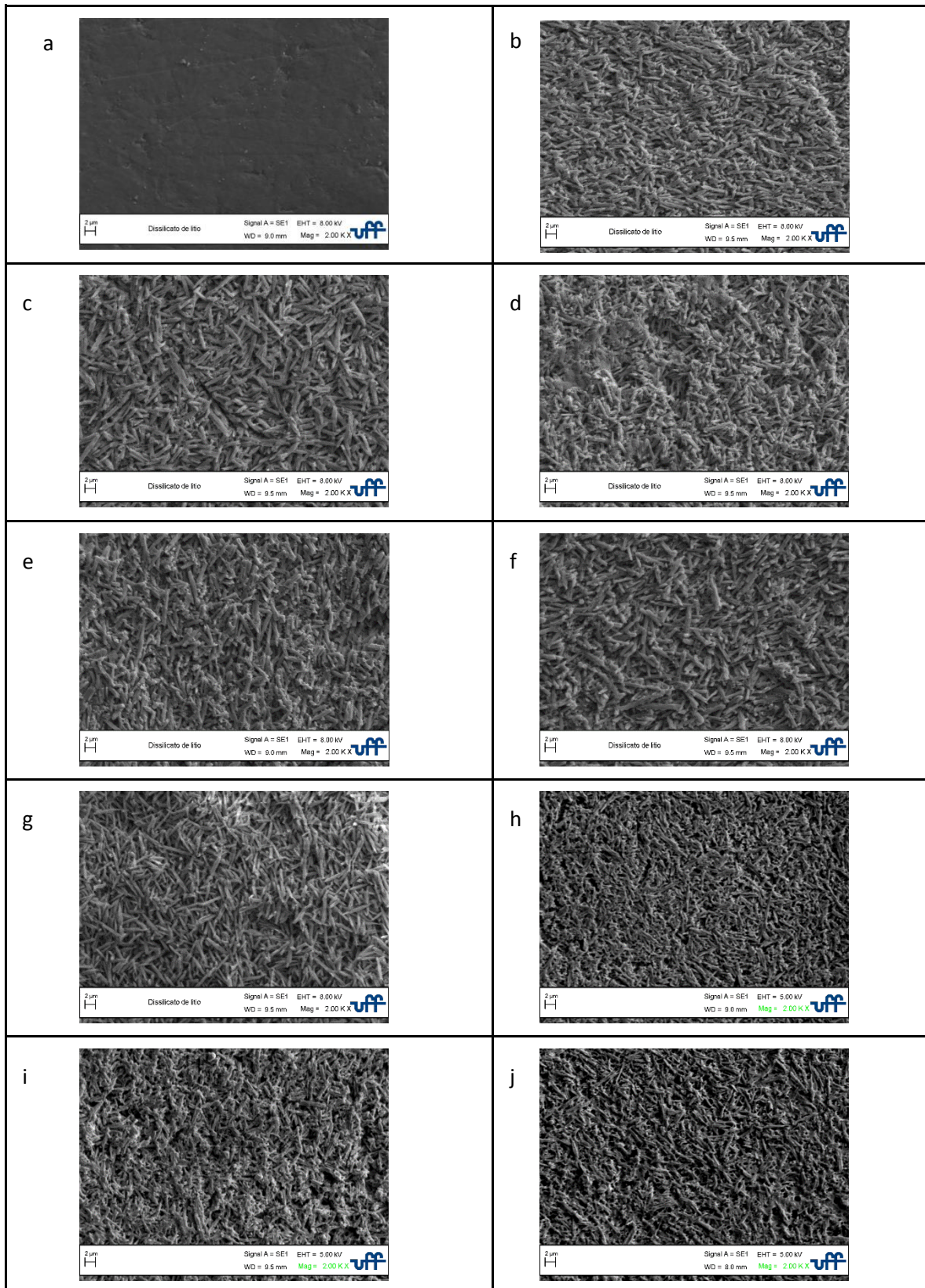


Figura 2. Imagens em microscopia eletrônica de varredura: a) Grupo 1, controle sem tratamento, observa-se sobre a superfície a fase vítrea intacta indicativo de uma superfície polida e sem depressões. b, c, d) G2-A5/20, G3-A5/40 e G4-A5/60, imagens evidenciando os cristais de dissilicato de lítio aparentes pela decomposição da fase vítrea pelo HF na concentração de 5%. e, f, g) G5-A10/20s, G6-A10/40s e G7-A10/60s, nas três imagens pode-



se observar que a matriz vítrea foi totalmente removida pelo condicionamento com HF a 10% deixando os cristais de dissilicato de lítio aparente nas superfícies h, i, j) G8-A10/20s/F5, G9-A10/40s/F5 e G10-A10/60s/F5 nas imagens dos respectivos grupos nota-se a ausência da matriz vítrea e exposição parcial dos cristais de dissilicato de lítio, evidenciando um empacotamento destes pelo condicionamento com ácido fosfórico.

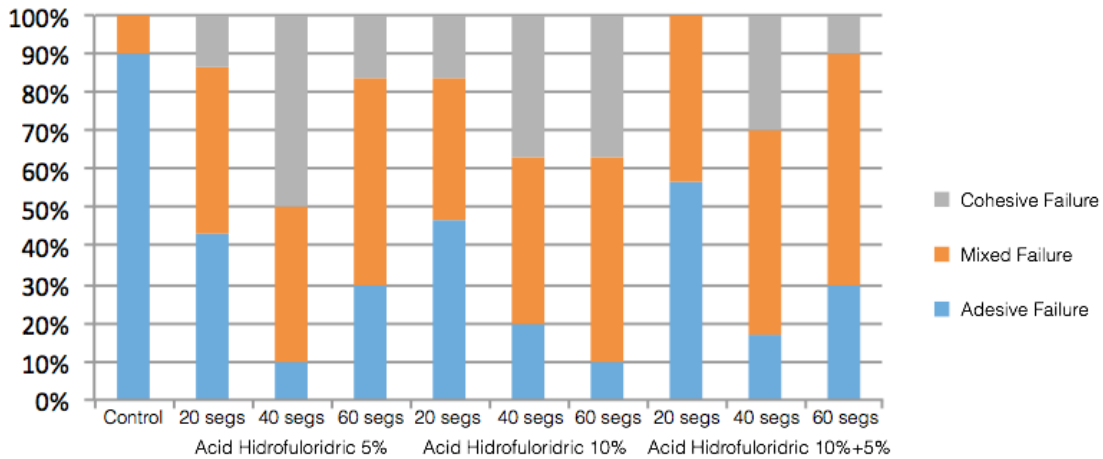


Figura 3 – Gráfico ilustrativo da distribuição dos tipos de falhas para os diferentes grupos

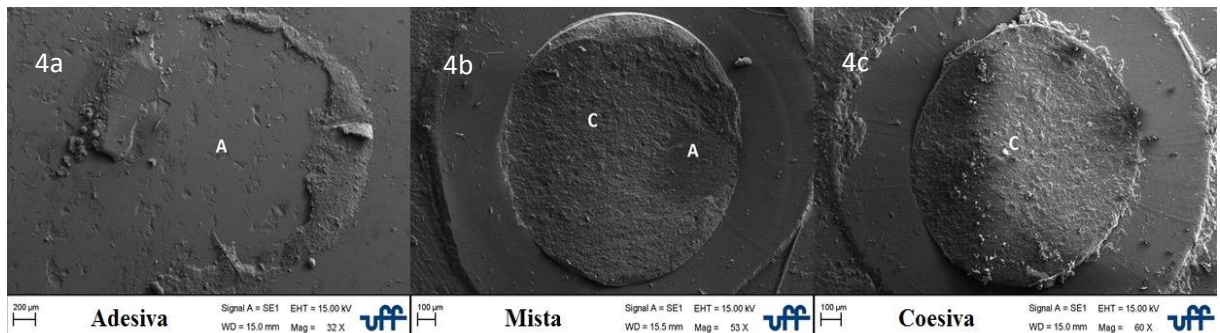


Figura 4 - Imagens em microscopia eletrônica de varredura representativas dos três tipos de falhas: 4a) falha adesiva, observa-se ao centro uma grande área sem remanescente do cimento (A); 4b) falha mista, observa-se uma área com remanescente do cimento (C) e outra área sem cimento (A); 4c) falha coesiva, observa-se uma grande área coberta com o remanescente do cimento (C).

## REFERÊNCIAS

- ABOUSHLIB, M. N.; SLEEM, D. Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives. **J Adhes Dent**, London, v. 16, n. 6, p. 547-552, Dec. 2014.
- ADDISON, O.; MARQUIS, P. M.; FLEMING, G. J. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. **Dent Mater**, Washington, v. 23, n. 4, p. 461-468, Apr. 2007.
- AKYIL, M. S. et al. Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. **Photomed Laser Surg**, Kansas, v. 29, n. 3, p. 197-203, Mar. 2011.
- ANUSAVICE, K. J.; JADAAN, O. M.; ESQUIVEL-UPSHAW, J. F. Time-dependent fracture probability of bilayer, lithium-disilicate-based, glass-ceramic, molar crowns as a function of core/veneer thickness ratio and load orientation. **Dent Mater**, Washington, v. 29, n. 11, p. 1132-1328, Nov. 2013.
- BORGES, G. A. et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 89, n. 5, p. 479-488, May 2003.
- BOTTINO, M. A. et al. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspar ceramic. **Oper Dent**, Seattle, v. 40, n. 2, p. 40-46, Mar./Apr. 2015.
- BRENTEL, A. S. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. **Dent Mater**, Washington, v. 23, n. 1, p. 1323-1331, Nov. 2007.
- BRUM, R. et al. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. **Oper Dent**, Seattle, v. 36, n. 5, p. 478-485, Sep./Oct. 2011.
- CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 28, n. 1, p. 95-101, Jan. 2001.
- DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. **Int J Prosthodont**, Lombard, v. 15, n. 2, p. 15-167, Mar./Apr. 2002.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY JUNIOR, J. J. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dent Mater**, Washington, v. 19, n. 8, p. 693-699, Dec. 2003.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K. J. Work of adhesion of resin and treated lithiadiisilicate-based ceramic. **Dent Mater**, Washington, v. 20, n. 4, p. 338-344, May 2004.

FABIANELLI, A et al. Effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. **J Dent**, Guildford, v. 38, n. 1, p. 39-43, Jan. 2010.

GOMES, E. A. et al. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. **Cerâmica**, São Paulo, v. 54, n. 331, p. 19-25, jul./set. 2008.

GUARDA, G. B. et al. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. **Oper Dent**, Seattle, v. 38, n. 2, p. 208-217, Mar./Apr. 2013.

GUARDA, G. B. et al. Luting glass ceramic restorations using a self-adhesive resin cement under different dentin conditions. **J Appl Oral Sci**, Bauru, v. 18, n. 3, p. 244-248, May/June 2010.

GÜLER, A. U. et al. Evaluation of 24-hour shear bond strength of resin composite to porcelain according to surface treatment. **Int J Prosthodont**, Lombard, v. 18, n. 2, p. 156-160, Mar./Apr. 2005.

HAN, L. et al. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. **Dent Mater J**, Tokyo, v. 26, n. 6, p. 906-914, Nov. 2007

HOOSHMAND, T. et al. Interfacial fracture toughness of different resin luting cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. **J Dent**, Guildford, v. 40, n. 2, p. 139-145, Feb. 2012.

INOKOSHI, M. et al. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. **J Dent**, Guildford, v. 41, n. 2, p. 170-179, Feb. 2013.

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

KATO, H. et al. Improved bonding of adhesive resin to sintered porcelain with the combination of acid etching and a two-liquid silane conditioner. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 28, n. 1, p. 102-108, Jan. 2001.

KELLY, J. R. Dental ceramics: what is this stuff anyway? **J Am Dent Assoc**, Chicago, v. 139, suppl. 9, p. 4-7, Sep. 2008.

KERMANS SHAH, H.; BOROUGENI, A. T.; BITARAF, T. Comparison of the microshear bond strength of feldspathic porcelain to enamel with three luting resins. **J Prosthodont Res**, Amsterdam, v. 55, n. 2, p. 110-116, Apr. 2011.

KERN, M.; BARLOI, A.; YANG, B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. **J Dent Res**, Washington, v. 88, n. 9, p. 817-822, Sep. 2009.

KIYAN, V. H. et al. Influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two systems. **Oper Dent**, Seattle, v. 32, n. 5, p. 457-465, Sep./Oct. 2007.

KUKIATTRAKOON, B.; THAMMASITBOON, K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 98, n. 1, p. 17-23, July 2007.

LAND, M. F.; HOPP, C. D. Survival rates of all-ceramic systems differ by clinical indication and fabrication method. **J Evid Base Dent Pract**, St. Louis, v. 10, n. 1, p. 37-38, Mar. 2010.

MALHEIROS, A. S.; FIALHO, F. P.; TAVAREZ, R. R. J. Cerâmicas ácido resistentes: a busca por cimentação resinosa adesiva. **Cerâmica**, São Paulo, v. 59, n. 349, p. 124-128, jan./mar. 2013.

MARTINS, L. M. et al. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. **Cerâmica**, São Paulo, v. 56, n. 338, p. 148-155, abr./jun. 2010.

MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 34, n. 8, p. 622-630, Aug. 2007.

MELO, R. M.; VALANDRO, L. F.; BOTTINO, M. A. Microtensile bond strength of a repair composite to leucite-reinforced feldspathic ceramic. **Braz Dent J**, Ribeirão Preto, v. 18, n. 4, p. 314-319, Oct./Dec. 2007.

NAGAI, T. et al. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 32, n. 8, p. 598-605, Aug. 2005.

NAVES, L. Z. et al. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. **Oper Dent**, Seattle, v. 35, n. 4, p. 420-427, July/Aug. 2010.

OYAGÜE, R. C. et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dent Mater**, Washington, v. 25, n. 2, p. 172-179, Feb. 2009 Feb.

ÖZCAN, M.; ALLAHBEICKARAGHI, A.; DÜNDAR, M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clin Oral Investig**, Berlin, v. 16, n. 1, p. 15-23, Feb. 2012.

PANAH, F. G.; REZAI, S. M.; AHMADIAN, L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. **J Prosthodont**, Philadelphia, v. 17, n. 5, p. 409-414, July 2008.

PIEGER, S.; SALMAN, A.; BIDRA, A. S. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 112, n. 1, p. 2-30, July 2014.

RADOVIC, I. et al. Self-adhesive resin cements: a literature review. **J Adhes Dent**, New Malden, v. 10, n. 47, p. 251-258, Aug. 2008.

SALVIO, L. A. et al. Effect of water storage and surface treatments on the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. **J Prosthodont**, Philadelphia, v. 16, n. 3, p. 192-199, May/June 2007.

SILVA, R. T. et al. Comparative reliability analyses of zirconium oxide and lithium disilicate restorations in vitro and vivo. **J Am Dent Assoc**. 2011 Apr;142 Suppl 2:4S-9S.

TORRES, S. M. P. et al. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. **Oper Dent**, Seattle, v. 34, n. 4, p. 399-407, July 2009.

YOSHIMURA, H. N. et al. Relationship between elastic and mechanical properties of dental ceramics and their index of brittleness. **Ceramics Int**, Foshan, v. 38, n. 6, p. 4715-4722, Aug. 2012.

YUCEL, M. T. et al. Effect of surface treatment methods on the shear bond strength between resin cement and all-ceramic core materials. **J Non-Crystal Sol**, Amsterdam, v. 358, n. 5, p. 925-930, Mar. 2012

ZOGHEIB, L. V. et al. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. **Braz Dent J**, Ribeirão Preto, v. 22, n. x, p. 45-50, Jan./Feb. 2011.

ZORTUK, M. et al. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. **Dent Mater J**, Tokyo, v. 29, n. 4, p. 418-424, Aug. 2010.