**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU**

BHENYA OTTONI TOSTES

**Influência do tempo de condicionamento ácido na alteração
superficial, resistência de união e compressão da cerâmica de
dissilicato de lítio**

**BAURU
2016**

BHENYA OTTONI TOSTES

**Influência do tempo de condicionamento ácido na alteração
superficial, resistência de união e compressão da cerâmica de
dissilicato de lítio**

Tese apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Francisco Lia Mondelli

Versão Corrigida

BAURU

2016

Tostes, Bhenya Ottoni

C398e

Influência do tempo de condicionamento ácido
na alteração superficial, resistência de união e
compressão da cerâmica de dissilicato de lítio/
Bhenya Ottoni Tostes. – Bauru, 2016.
128p. : il. ; 31cm.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de
Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Rafael Francisco Lia Mondelli

Nota: A versão original desta tese encontra-se disponível no Serviço de Biblioteca
Da Faculdade de Odontologia de Bauru-FOB/USP

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DEDICATÓRIA

Dedico esta vitória:

*A **Deus**, toda honra e toda glória hoje e sempre.*

*Ao meu avô, **José Ottoní de Oliveira**, exemplo de sucesso, persistência e vida. (In memoriam)*

*Ao meu pai, **Benvir Tostes**, meu maior incentivador, entusiasta e encorajador.*

*À minha mãe **Olívia Letícia Ottoní Tostes** e à minha irmã **Leandra Ottoní Tostes**, carinho, apoio e suporte incondicionais sempre.*

*Ao meu marido, **Henrique Collet Mafra**, alegria, paz e harmonia na minha vida.*

Amo vocês.

Enríco, amor eterno

“Dizem que anjos escolhem mães especiais para acolhê-los em sua breve jornada nesta vida. Pois precisam sentir todo o amor e acolhimento do mundo no ventre que habitam, para que cumpram sua rápida missão aqui neste mundo na mais perfeita paz...”

(Marrie Ometto em Mãe de Anjo)

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela oportunidade de fazer o doutorado.

Agradeço a minha família amada; Benvirr, Olívia Letícia, Leandra e Henrique vocês são meu porto seguro. Obrigada por existirem, por me apoiarem e por estarem comigo sempre.

Agradeço aos meus tios Domingos Savio e Maria das Graças Ottoni Souza, aos meus primos Karolle, Murillo e Danilla, Josy e Ninice, obrigada pelo carinho e pelo incentivo, sei que vocês vibram por mim.

Agradeço ao meu orientador, Professor Doutor Rafael Francisco Lía Mondelli, obrigada pela confiança, pelos ensinamentos e pela disponibilidade. Te admiro muito!

Agradeço aos colegas de doutorado e meninas do mestrado pela companhia nessa caminhada. Rafa, Ana e Lari, nossos laços são eternos. Rapha, Carlita, Diana, Marina, Elaine, Jack, Carlos, Odaír, Marília, RSimões, que a distância seja apenas um detalhe e possamos sempre contar uns com os outros. Vocês me são muito queridos.

Agradeço à Bárbara Margarido Brondino, minha querida orientanda de IC. Você foi um presente, sua parceria e amizade não tem preço. Te agradeço também por me apresentar sua mãe, Naír Cristina Margarido Brondino. Cris, seus conhecimentos estatísticos foram essenciais. Sua solicitude, atenção e carinho são inesquecíveis. Obrigada por estarem no meu caminho.

Agradeço a querida professora Juliana Fraga Soares Bombonatti, obrigada por seu carinho, solicitude, ensinamentos e amizade.

Agradeço aos professores do departamento, Tereza, Serginho, Adilson, Linda, Paulinho, Ana Flávia, Dra Fidela e Dr. Mondelli pela atenção e ensinamentos.

Agradeço ao Professor Doutor Eduardo Moreira Silva pela acolhida na UFF-RJ. O tempo que estive com sua equipe da dentística foi de grande importância. Jamais me esquecerei dos ensinamentos e conhecimentos adquiridos e dos amigos que fiz. Vocês são especiais.

Agradeço ao Nelson e à Charlene, técnicos em prótese do Departamento de Dentística, obrigada pela amizade e ajuda no desenvolvimento deste trabalho. Vocês estão no meu coração. Jamais esquecerei o laboratório... Adorava trabalhar lá com vocês.

Agradeço à Audria, à Natália, à Rita e ao Elízio pela presteza e carinho. Saibam que é recíproco.

Agradeço ao Sr. Renato Murbach (CIP) pela ajuda para desenvolver o dispositivo de teste deste trabalho e acompanhamento dos testes de cisalhamento.

Agradeço aos técnicos do Departamento de Prótese da FOB-USP. Marcelo Giatti, obrigada por confeccionar as minhas cerâmicas. Reivanildo, ou melhor, Riva, obrigada por sua solicitude e atenção me ajudando nos testes de compressão.

Agradeço ao Professor Doutor Eduardo Silva Moreira, por ter permitido o uso do LABiom-R, Laboratório de Análises de Biomateriais Restauradores, no Departamento de Dentística da Universidade Federal Fluminense-RJ, para a realização das análises de rugosidade deste trabalho.

AGRADECIMENTOS INSTITUCIONAIS

À Faculdade de Odontologia de Bauru, que me acolheu de maneira inesquecível. E aos funcionários que tão prontamente sempre nos atendem.

À CAPES- Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal do Ensino Superior, pelo fundamental apoio financeiro concedido para realização dessa pesquisa.

Ao CIP - Centro Integrado de Pesquisas, pelo uso de equipamentos e espaço físico para realização dos meus experimentos.

Aos professores do Departamento de Dentística da FOB-USP,

Prof. Dr. Adílson Yoshio Furuse

Prof. Dr. Aquira Ishikiriama

Prof^a. Dr.^a Ana Flávia Sanches Borges

Prof. Dr. Carlos Eduardo Francischone

Prof. Dr. Eduardo Batista Franco

Prof. Dr. José Mondelli

Prof. Dr.^a Juliana Fraga Soares Bombonatti

Prof^a. Dr.^a Lúcia Wang

Prof^a. Dr.^a. Maria Fidéla de Lima Navarro

Prof^a. Dr.^a. Maria Teresa Atta

Prof. Dr. Paulo Afonso Silveira Francisconi

Prof. Dr. Rafael Francisco Lúcia Mondelli

Prof. Dr. Sérgio Kioshi Ishikiriama

Obrigada pela confiança e pela oportunidade de desfrutar da sabedoria e do convívio de vocês.

RESUMO

Este estudo *in vitro* propôs analisar os padrões de condicionamento da superfície da cerâmica a base de dissilicato de lítio após três tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, a influência desses tempos na resistência ao cisalhamento de cilindros cerâmicos e à compressão de placas cerâmicas cimentadas em esmalte de dentes bovinos. Para análise de superfície foram utilizadas 36 placas de cerâmica (IPS e.max Press), sem tratamento e condicionadas por 10s, 20s e 60s (E0,E10,E20,E60; n=3), observadas em MEV, energia dispersiva espectroscópica (EDS) e perfilômetro. Para o teste de resistência de união, 180 cilindros cerâmicos (2mm diâmetro x 2mm comprimento; n=20) foram condicionados e cimentados (80 µm de espessura) com RelyX ARC em esmalte variando os sistemas adesivos {Silano+Single Bond (S); RelyX Ceramic Primer Silano +Single Bond (R); Single Bond Universal (U)}, obtendo-se os grupos: E10S, E20S, E60S, E10R, E20R, E60R, E10U, E20U e E60U. Após 24h realizou-se o teste de cisalhamento (EMIC, 0,5mm/min, 50Kgf). O teste de compressão ao esmalte (Kratos, 0,5mm/min 50Kgf) foi realizado após 24h da cimentação de 60 placas cerâmicas quadradas (5x5mm com 1mm de espessura; n=10), condicionadas e cimentadas (RelyX ARC, 80µm) variando os sistemas adesivos R e U (10R, 20R, 60R, 10U, 20U e 60U). Os resultados da análise em MEV mostraram que foi mantido o mesmo padrão de condicionamento, porém, mais evidenciado com o aumento do tempo de tratamento. A quantidade de sílcio observada em EDS foi: E0:24,73% < E10:61,10% < E20:67,50% = E60:67,54% e a rugosidade: E0: 6,25 µm < E10: 10,6µm < E20: 12,0µm < E60: 18,0µm. Para os resultados dos ensaios de cisalhamento foi usado um modelo linear generalizado, com distribuição normal para a variável resposta e função de ligação do tipo raiz quadrada. Para compressão, usamos um modelo linear normal. Em ambos os casos, a hipótese de normalidade dos desvios foi verificada a partir do Q-Q Plot e do Teste de Kolmogorov-Smirnov. Para os testes de cisalhamento (MPa), independente do tempo de condicionamento, o grupo S apresentou os menores valores, enquanto os grupos R e U apresentaram valores semelhantes (E10S:84,2±7,2A/a, E10R:124,4±7,9A/b, E10U:117,2±7,8A/b, E20S:102,3±7,6B/a, E20R:146,2±8,2B/b, E20U:138,4±7,9B/b, E60S:107,2±7,8B/a, E60R:152,1±8,1B/b, E60U:144,1±8,1B/b). Para o teste de compressão (N), os valores Médios foram: 10R:869,8±122a, 10U:879,3±159a, 20R:795,0±219ab,

20U:852,3±227ab, 60R:772,7±162b, 60U:704,0±235b. O aumento do tempo de condicionamento da superfície da cerâmica a base de dissilicato de lítio aumentou a rugosidade superficial, não demonstrou diferença significativa da resistência de união de 20s par 60s, e apresentou leve diminuição para resistência de compressão.

Palavras chaves: Ácido fluorídrico. Cerâmica. Microscopia eletrônica de varredura. Resistência de união. Rugosidade.

ABSTRACT

Influence of etching time on the superficial alterations, bond strength and compression resistance of lithium disilicate ceramic

The present *in vitro* study aimed to analyze the etching patterns of lithium disilicate based ceramic after three etching times with 10% hydrofluoric acid, and the influence of these times on the shear bond strength of ceramic cylinders and compression resistance of ceramic plates cemented to bovine enamel teeth. For the surface analysis, 36 ceramic plates (IPS e.max Press) were used untreated and etched for 10s, 20s and 60s (E0, E10, E20, E60; n = 3), as observed in SEM, energy dispersive spectroscopy (EDS) and profilometry. For the bond strength test, 180 ceramic cylinders (2x2mm; n = 20) were etched and cemented with RelyX ARC (80 µm thick) on the enamel varying adhesive systems {Silane + Single Bond (S); RelyX Ceramic Primer Silane + Single Bond (R); Single Bond Universal (U)}, yielding the groups: E10S, E20S, E60S, E10R, E20R, E60R, E10U, E20U and E60U. After 24h, the shear bond strength test was performed (EMIC, 0.5 mm/min, 50Kgf). The ceramic compression test (Kratos, 0.5 mm/min, 50Kgf) was performed 24h after etching and cementing (RelyX ARC, 80µm) 60 square ceramic plates (5x5mm, 1mm thick; n = 10), varying R and U adhesive systems (10R, 20R, 60R, 10U, 20U and 60U). The same pattern of damage was maintained as seen in the SEM analysis, however, it worsened with increasing the etching time. The amounts of silicium seen on EDS were: E0: 24.73% <E10: 61.10% <E20: 67.50% = E60: 67.54% and roughness: E0: 6.25 µm <E10: 10.6µm <E20: 12.0µm <E60: 18.0µm. For the results of the shear bond test, a generalized linear model with normal distribution was used for the response variable and link function of the square root type. For the compression test, a standard linear model was used. In both cases, the deviations of the hypothesis of normality were verified from a Q-Q plot and the Kolmogorov-Smirnov test. For the shear bond strength test (MPa), regardless of the etching time, the S group showed the lowest values, while the R and U groups had similar values (E10S: 84.2±7.2A/a, E10R: 124.4±7.9A/b, E10U: 117.2±7.8A/b, E20S:102.3±7.6 B/a, E20R:146.2±8.2B/b, E20U:138.4±7.9B/b, E60S:107.2±7.8B/a, E60R:152.1±8.1B/b, E60U: 144.1±8.1B/b). For the compression test (N), the mean values were: 10R: 869.8±122 a, 10U: 879.3±159 a, 20R: 795.0±219 ab, 20U 852.3±227 ab, 60R: 772.7±162 b, 60U: 704.0±235 b. The increase of the surface conditioning time of the lithium

disilicate based ceramic increased the surface roughness, showed no significant difference of the bond strength of 20s to 60s, and showed slight decrease to the compressive strength.

Key words: Hydrofluoric acid. Ceramics. Scanning electron microscopy. Bond strength. Roughness.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1 - Coroas bovinas	67
Figura 2 - Politriz	67
Figura 3 - Coroa incluída e polida.....	67
Figura 4 - Espécimes prontos.....	67
Figura 5 - Balança	69
Figura 6 - Bastões	69
Figura 7 - Placas	69
Figura 8 - Pastilha e.max.....	69
Figura 9 - Forno e.max	69
Figura 10 - Anel incluído.....	69
Figura 11 - Anel injetado	69
Figura 12 - Bastões desincluídos.....	69
Figura 13 - Aparelho de jato de óxido de alumínio	69
Figura 14 - Ultrassom.....	69
Figura 15 - Bastões limpos.....	69
Figura 16 - Isomet cortando os bastões	73
Figura 17 - Bastões cortados	73
Figura 18 - Bastões cortados em cilindros	73
Figura 19 - Cilindros prontos	73
Figura 20 - Condicionamento da cerâmica.....	75
Figura 21 - Cilindros condicionados	75
Figura 22 - Condicionamento do dente	75
Figura 23 - Aplicação do adesivo no dente	75
Figura 24 - Cilindro com silano	75
Figura 25 - Cilindro com adesivo	75
Figura 26 - Aplicando cimento no cilindro.....	76
Figura 27 - Cimentação	76
Figuras 28-31 - Posições de polimerização	76

Figura 32 - Linha de cimentação vista em MEV (80µm).....	77
Figura 33 - Dispositivo para cimentação	77
Figura 34 - Encaixes dos cilindros no dispositivo	77
Figura 35 - Dispositivo encaixado na EMIC.....	77
Figura 36 - Máquina de Ensaio Universal EMIC.....	78
Figura 37 - Dispositivo de teste de Cisalhamento	78
Figura 38 - Espécime posicionado para teste	78
Figura 39 - Estereomicroscópio para análise de fratura	79
Figura 40 - Cilindros fraurados	79
Figura 41 - Dente incluído e polido para receber tratamento e placa.....	80
Figura 42 - Placas cerâmicas	80
Figura 43 - Condicionamento ácido da placa cerâmica.....	82
Figura 44 - Sistemas adesivos utilizados para o teste de compressão	82
Figura 45 - Placa posicionada para a cimentação.....	82
Figura 46 - Dispositivo de cimentação posicionado e fotopolimerização.....	82
Figura 47 - Dispositivo em forma de lápis acoplado a célula de carga (50kgf).....	83
Figura 48 - Ponta arredondada do dispositivo posicionada no centro da placa cerâmica	83

- IMAGENS

Imagem 1 - MEV das superfícies cerâmicas condicionadas: Superfície não condicionada (1A), condicionada por 10s(1B), 20s(1C) e 60s(1D) com ácido fluorídrico a 10%.....	87
Imagem 2 - Imagens 3D das superfícies condicionadas: Superfície sem condicionamento (2A), condicionada por 10s (2B), 20s (2C) e 60s(2D).	89
Imagem 3 - Boxplot cisalhamento: 3a) Boxplot para o tempo de condicionamento; 3b) Boxplot para o Material	90
Imagem 4 - Boxplot compressão: 4a) Boxplot para o tempo de condicionamento; 4b) Boxplot para o Material	94

- QUADROS

Quadro 1 - Materiais utilizados.....	66
Quadro 2 - Delineamento experimental dos grupos submetidos à análise superficial	70
Quadro 3 - Divisão de grupos para o teste adesivo	74
Quadro 4 - Escore do ARI	78
Quadro 5 - Delineamento experimental dos grupos submetidos ao teste de compressão.....	81

- GRÁFICOS

Grafico 1 - Média marginal de resistência adesiva ao cisalhamento	92
Grafico 2 - Análise de falha quanto ao tempo de condicionamento.....	93

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Porcentagem elementar em cada grupo	88
Tabela 2 - Parâmetros Sa e Sv em valores amostrais (μm)	88
Tabela 3 - Médias marginais estimadas e Intervalo de confiança de Wald (95%) para teste de cisalhamento (kgf)	91
Tabela 4 - Médias marginais e erro padrão estimado para o tempo de condicionamento	95
Tabela 5 - Comparações pareadas dos tempos de condicionamento para o teste de compressão (Anexo B)	128

SUMARIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	19
2.1	CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO.....	21
2.2	CONDICIONAMENTO ÁCIDO	31
2.2.1	Ácido Fosfórico	31
2.2.2	Ácido Fluorídrico	31
2.3	SILANO	44
2.4	TRATAMENTO ADESIVO E CIMENTAÇÃO.....	53
3	PROPOSIÇÃO	59
3.1	HIPOTESIS	61
4	MATERIAIS E MÉTODOS	63
4.1	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL 1.....	70
	Avaliação da superfície da cerâmica de dissilicato de lítio	70
4.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL 2.....	72
	Resistência de união da cerâmica de dissilicato de lítio	72
4.3	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL 3.....	80
	Resistência compressiva da cerâmica de dissilicato de lítio.....	80
5	RESULTADOS	85
6	DISCUSSÃO	97
7	CONCLUSÃO.....	105
	REFERÊNCIAS.....	109
	APÊNDICES.....	118
	ANEXOS	126

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

Por exibir qualidade estética, dureza satisfatória e excelente biocompatibilidade (HOOSHMAND et al., 2008), a cerâmica dental é um material muito utilizado na Odontologia atualmente. Quando reforçada com cristais de dissilicato de lítio, as vitrocerâmicas mostraram melhorias significativas nas suas propriedades mecânicas, conferindo durabilidade e resistência (ZOGHEIB et al., 2011). Este sistema cerâmico proporciona a obtenção de lâminas extremamente delgadas (lentes de contato), pelo método da cera perdida e injeção, podendo medir menos de 1,0mm de espessura. A cimentação desses laminados se restringe ao esmalte, pois praticamente não há desgaste de estrutura dental. Os laminados cerâmicos podem ser uma alternativa conservadora e estética para estabelecer a forma e cor dos dentes anteriores (DA CUNHA et al., 2013).

A cerâmica a base de dissilicato lítio apresenta a característica de ser ácido sensível e sua adesão é obtida pelo condicionamento ácido e aplicação de silano (ZOGHEIB et al., 2011; COLARES et al., 2013). A superfície cerâmica é modificada quimicamente pelo condicionamento com ácido fluorídrico (HF), seguido por silanização (ZOGHEIB et al., 2011; COLARES et al., 2013; XIAOPING et al., 2014; BRUM e MAZUR, 2011). O condicionamento ácido estabiliza os defeitos da superfície da cerâmica sendo capaz de reagir com a matriz vítrea, removendo-a e criando micro canais retentivos (ZOGHEIB et al., 2011; PISANI-PROENÇA et al., 2006), formando uma superfície irregular mais favorável para adesão (ZOGHEIB et al., 2011; BORGES et al., 2003).

Estudos afirmam que o aumento do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a rugosidade (LUO et al., 2001; ZOGHEIB et al., 2011; XIAOPING et al., 2014; FONZAR et al., 2014) e, conseqüentemente, a união da cerâmica a base de dissilicato de lítio ao cimento resinoso (ZOGHEIB et al., 2011). Existe a preocupação quanto ao tempo ideal de condicionamento ácido, devido aos possíveis efeitos deletérios sobre a resistência estrutural da cerâmica (XIAOPING et al., 2014). Alguns autores alegam que o processo de condicionamento pode afetar a resistência flexural e a rugosidade superficial da cerâmica (HOOSHMAND et al., 2008; ZOGHEIB et al., 2011). Para a cerâmica de dissilicato de lítio, o fabricante

recomenda 20 segundos de tempo de condicionamento com HF a 5%. Contudo, pouco se sabe sobre os efeitos na morfologia da superfície e na resistência dessa cerâmica quando aumenta ou diminui o tempo de condicionamento. Por tanto, o período de condicionamento ácido e a concentração ideal do HF ainda não estão claros (XIAOPING et al.,2014).

O uso de silano favorece a adesão da cerâmica ao esmalte dentário, pois forma uma rede de siloxano e sílica na superfície da cerâmica, aumentando a união entre ela e o esmalte dentário (COLARES et al.,2013). O terceiro passo para o sucesso da adesão é a correta aplicação do sistema adesivo. Com o objetivo de simplificar as técnicas de aplicação, as formulações dos sistemas adesivos foram sendo modificadas. O adesivo Single Bond Universal (3M ESPE) propõe obter excelente adesão em passo único, sem aplicação do silano e “primer” prévios, pois já possui estes componentes em sua formulação. Contém ainda um otimizador para cimentação que acelera a reação de polimerização dos cimentos resinosos de dupla polimerização e dos químicos (3M ESPE). Para cimentação sabe-se que os cimentos resinosos apresentam melhores propriedades de ligação entre a cerâmica e o dente, uma vez que a espessura da porcelana e a espessura da linha de cimento (agente resinoso) influenciam na resistência à compressão do conjunto (PRAKKI et al., 2007).

Dentro deste contexto, o presente estudo propõe avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico 10% na alteração superficial da cerâmica a base de dissilicato de lítio, na resistência de união e à compressão dessa cerâmica cimentada ao esmalte bovino.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cerâmica de Dissilicato de Lítio

O emprego das cerâmicas na Odontologia é baseado no seu peso leve, dureza alta, inércia química e características tribológicas únicas. Um dos maiores objetivos atuais das pesquisas com cerâmicas é a produção de materiais resistentes que possam oferecer uma utilização confiável para a odontologia (DELLA BONA, 2005a). As cerâmicas tem se tornado o material de eleição à medida que suas excelentes propriedades foram destacadas, como qualidade estética, biocompatibilidade, resistência a abrasão, longevidade e previsibilidade de resultado (FRADEANI et al., 2005).

A partir de 1983 as facetas de porcelana passaram a merecer lugar de destaque como opção restauradora. Isso graças aos trabalhos de Horn (1983) que propôs a técnica de confecção de facetas laminadas de porcelana, destacando-se dos materiais e técnicas até então utilizadas pela superioridade de suas propriedades estéticas e funcionais. E de Simonsen e Calamia (1983) que descreveram o condicionamento das porcelanas com ácido fluorídrico, pois observaram que quando a cerâmica era condicionada as fraturas adesivas ocorriam tanto na resina quanto na cerâmica, o que não acontecia na cerâmica sem condicionamento.

Em 1998 a introdução de cristais de dissilicato de lítio na estrutura da cerâmica feldspática melhorou o sistema das cerâmicas injetadas. Estes são cristais longos que crescem no vidro, durante o processo de aquecimento e prensagem, até 60% em volume. O que contribui para aumentar a resistência à fratura do sistema. Os cristais dissilicato de lítio estão dispersos em uma estrutura de bloqueio que impede a propagação de trincas por meio de processos de absorção de energia, tais como a rachadura de deflexão e ramificação (SCHWEIGER et al., 1999).

Os sistemas de cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio foram sofrendo modificações e melhorando suas propriedades. A exemplo disso: o IPS Empress 2, a primeira cerâmica vitrificada reforçada com cristais de dissilicato de

lítio ($\text{SiO}_2\text{-LiO}_2$). IPS e.max CAD, sistema que coordena a técnica de injeção à alta temperatura e tecnologia CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Assisted Machining) e o IPS e.max Press, sistema com melhores propriedades físicas e translucidez que os dois anteriores, tendo o processo de produção com 2 fases cristalinas, ocorrendo a queima simultânea (dupla nucleação) dos cristais de dissilicato de lítio e de metassilicato de lítio. Cristais estes medido aproximadamente 3-6 μm em comprimento (IVOCLAR VIVADENT).

Em 2000, Della Bona et al. testam as hipóteses de que a resistência à tração da cerâmica prensada é controlada pela microestrutura e pelo tratamento de superfície da cerâmica. Para isso são comparadas as vitrocerâmicas reforçadas por leucita (IPS Empress, Ivoclar Vivadent) e por dissilicato de lítio (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) condicionadas com ácido fluorídrico (HF) a 9,6% por 120s versus flúor fosfato acidulado (FPA) a 4% 120s versus silano (S - Chameleon Dental Products, Kansas City, Kansas, EUA) 5min ou ainda os dois primeiros com silano. O adesivo (Scotchbond, 3M ESPE) foi aplicado e polimerizado por 10s, seguido da resina composta (Z100, 3M ESPE) polimerizada por 40s. Os espécimes foram cortados em palitos e estocados em água destilada 37°C por 30 dias até a realização do teste de microtração na máquina de ensaio universal Instron (Modelo 1125, Instron, Canton, Mass, EUA). Observação em MEV mostrou que as falhas foram todas na zona adesiva. Os dados foram analisados por ANOVA 1 passo e teste de Duncan, não encontrando diferença estatística entre os grupos. Análise de Weibull avaliou a integridade estrutural da zona de adesão. ANOVA 2 passos foi realizada para cada cerâmica e investigou a influência do condicionamento e silano na resistência adesiva. Os resultados mostraram que a cerâmica reforçada com dissilicato de lítio apresentou maior resistência adesiva, independente do tratamento. A aplicação de silano aumentou a adesão independente do tratamento e do tipo de cerâmica. As hipóteses de que a resistência adesiva à tração da cerâmica prensada é controlada pela microestrutura e pelo tratamento de superfície da cerâmica foram então confirmadas.

Fradeani et al.(2000) destacaram o alto padrão estético da cerâmica de dissilicato de lítio (sistema IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent), translucidez e brilho, suas propriedades mecânicas e estabilidade adesiva ao dente ilustrando a versatilidade de uso desta cerâmica para coroas, inlays, onlays, laminados e pontes

fixas até 3 elementos para casos selecionados. Ressaltando o baixo coeficiente de expansão térmica, devido à presença de fluorapatita no coração do material; aumento na resistência flexural e tenacidade à fratura, quando comparada a leucita; além favoráveis propriedades de desgaste e resistência química, material estável em saliva. Para confecção de coroa os autores ressaltaram a espessura mínima de 0,8mm de material. E para evitar prejuízo para a restauração, a espessura mínima de 0,4 - 0,5 mm é suficiente para confecção de laminas. Contudo se o trabalho for modificar forma e/ou contorno do dente, a espessura final de 1mm ou mais é aconselhável.

Friedman, em 2001, no artigo *Restaurações laminadas em porcelana: opinião do clínico sobre uma tendência preocupante*, enfatiza o conceito de que laminados são mais bem descritos como restaurações de porcelana fundida ao esmalte. A partir da filosofia da conservação da estrutura dental, do eficiente uso do condicionamento ácido e sistema adesivo resinoso e a união da cerâmica condicionada à superfície do dente; muitas ideias e técnicas para realização de restaurações cada vez mais finas tem surgido. A faceta cerâmica que exigia 1,0-1,5mm de preparação surge com pouco ou nenhum preparo dental. Porém, um preparo de 0,5mm pode confluir com o contorno do dente e não mascarar defeitos de cor, por exemplo, sendo necessário desgaste dental com espessura suficiente para criar a tonalidade desejada na cerâmica. Como os dentes e as situações clínicas são diferentes, usar profundidade de preparo pré-fixada, sem avaliar a estrutura a ser trabalhada pode levar a desgaste excessivo não intencional provocando falha posterior. Embora a dentina também possa fazer parte do preparo, a parte principal da superfície de apoio e união deve ser em esmalte, pelo menos 50% do substrato de suporte e todo o termino marginal, para evitar possíveis problemas de rachaduras ou descolamento em longo prazo.

Na revisão de literatura de Souza et al. (2002) sobre facetas laminadas em cerâmica os autores ressaltaram a grande efetividade dos sistemas adesivos, a qualidade estética, estabilidade de cor, resistência ao desgaste e menor sorção de água do material cerâmico além do menor desgaste da estrutura dental. Demonstrando ser uma modalidade de tratamento bem sucedido para reabilitação estética na prática clínica.

No trabalho de Benetti et al.(2003) são salientadas vantagens da utilização de facetas indiretas de cerâmica como alternativa estética de tratamento, devido ao mínimo desgaste dos dentes na maioria das vezes, maior estética, resistência a abrasão, estabilidade de cor e biocompatibilidade com os tecidos gengivais.

Blatz et al.(2003), na revisão de literatura de estudos in vitro do período de 1966-2001, ressaltaram que a adesão resina/cerâmica variava entre os tipos de cerâmica, requerendo diferentes métodos adesivos para diferente cerâmicas. As vitrocerâmicas apresentaram excelentes propriedades estéticas sendo material de escolha para confecção de laminados, inlays e onlays. E que apesar da limitada resistência flexural do material, este teve sua resistência à fratura aumentada após a cimentação adesiva. Outro fator que melhorou a resistência das vitrocerâmicas foi a incorporação de cristais de leucita e dissilicato de lítio na matriz. Para essas cerâmicas o condicionamento com ácido fluorídrico remove seletivamente a fase vítrea e expõe as estruturas cristalinas. Como a cerâmica de dissilicato de lítio possui alto conteúdo cristalino, demonstrou maior resistência adesiva quando sua superfície foi condicionada.

Guazzato et al. (2004) analisaram a microestrutura de quatro vitrocerâmicas, entre elas a cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent), quanto a resistência e tenacidade. A resistência flexural de cada material foi avaliada por meio do teste de 3 pontos. A tenacidade à fratura foi mensurada utilizando técnica da força de recuo. O módulo de elasticidade e a dureza foram determinados por teste de 3 barras no método dinâmico não destrutivo por impulso excitatório de vibração. O estudo mostrou que aumentando o conteúdo cristalino da vitrocerâmica a resistência e tenacidade à fratura também aumentam. A microestrutura analisada em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada para avaliar o volume de cada fase, dimensão e forma dos grãos, porosidade e padrões de fissura, o que demonstrou serem fatores determinantes das propriedades mecânicas da cerâmica. Os autores verificaram que além da relação existente entre fase vítrea e fase cristalina, essa última está correlacionada aos mecanismos de fortalecimento e endurecimento das vitrocerâmicas.

Em 2005, Della Bona fez uma revisão de literatura sobre a característica da cerâmica e da interface adesiva à resina, em duas partes. A Primeira (Della Bona

2005a) salientou a relação microestrutura, composição, propriedades e fractografia da cerâmica. Para análise quantitativa e qualitativa da microestrutura realizou-se MEV e energia dispersiva de RX (EDS), mostrando uma associação entre a composição, as características estruturais e as propriedades físicas dos materiais. Características como volume, composição cristalina e fases sofrem alterações de acordo com os estímulos químicos e físicos recebidos. Concluindo, a quantificação dos parâmetros micro estruturais é importante para o desenvolvimento da relação entre estrutura e propriedades. Existem várias propriedades físicas e mecânicas para caracterizar o comportamento da cerâmica como modulo de elasticidade, dureza, densidade, resistência, tenacidade entre outras. Cada uma delas pode ser mensurada por testes específicos fornecendo os valores respectivos. Contudo, a distribuição complexa de estresse que ocorre em situação clínica, não permite tratar esses valores isoladamente para prever durabilidade estrutural da cerâmica.

Já na parte II, Della Bona (2005b) o objetivo da revisão foi correlacionar o tratamento de superfície, resistência adesiva, tenacidade da interface adesiva com parâmetros morfológicos da superfície testada em função do tratamento nela realizado. Foi constatado que o sucesso clínico de procedimentos adesivos para restaurações cerâmicas e reparo destas restaurações depende da qualidade e durabilidade da adesão entre a cerâmica e a resina. A qualidade desta adesão dependerá dos mecanismos adesivos que são controlados em parte pelo tratamento de superfície que promove uma união micromecânica e/ou química com o substrato.

Akgungor et al. (2005) estudaram a influência da espessura e do modo de polimerização na resistência e durabilidade da cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent). Discos cerâmicos de espessuras variadas (1mm, 1.5mm e 2mm) foram condicionados com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 60s, silanizados 60s (Monobond S, Ivoclar Vivadent), aplicação de adesivo (One Step, BISCO) e cimentados em dentes humanos com cimento Illusion (Bisco - Shaumburg, IL, EUA) com e sem catalizador, dual e fotopolimerizável. Os testes de resistência adesiva foram realizados após 10min e 24h da cimentação na máquina de Ensaio Instron (Modelo 4411, Canton, MASS, EUA) com velocidade de 0,5mm/min. ANOVA 3 passos revelou que a espessura da cerâmica, o modo de polimerização e o tempo de esperanção influenciaram a resistência adesiva. Em observação fractografica, todas as falhas foram adesivas na junção resina/dentina.

Os autores concluíram que a resistência adesiva e durabilidade não dependeram da espessura da cerâmica nem do modo de polimerização do cimento.

Higashi (2006) no artigo “Cerâmicas em dentes anteriores Parte I, indicações clínicas dos sistemas cerâmicos” relata que a busca por restaurações cada vez mais resistentes mecanicamente e opticamente similar as estruturas dentais levou ao desenvolvimento de novos sistemas cerâmicos com adição de cristais e óxidos de reforço. E que esse fato propiciou melhores propriedades mecânicas ao material possibilitando a realização de laminados cerâmicos menos espessos, favorecendo desgastes dentais menos invasivos, alta estética e resistência.

Holand et al. (2006) realizaram estudo com objetivo de analisar a formação da fase cristalina na alta resistência da cerâmica a base de dissilicato de lítio. Para isso os autores analisaram o processo de nucleação, a formação de fase primária e a reação de estado sólido para formar a vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio derivada do sistema $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O-ZrO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$. A análise térmica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X foram utilizadas para caracterizar microestrutura, nucleação e reação de precipitação da fase cristalina. A concentração de P_2O_5 foi aumentada de zero até 3,2% em peso, permitido o controle de massa da cristalização. A nucleação foi catalisada por fases Li_3PO_4 em escala nano, que reage muito provavelmente como catalisador heterogêneo, de ambos os cristais Li_2SiO_3 e $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$. Este mecanismo demonstra que, após a nucleação do metassilicato de lítio e do dissilicato de lítio, a última fase cresce como nanocristais aglomerados e se mantem em quantidade relativamente pequena. Já o metassilicato de lítio cresce rapidamente e se decompõe a $780\text{-}820^\circ\text{C}$ aumentando drasticamente a fase de dissilicato de lítio. O produto final de uma vitrocerâmica com 3,2% em peso de P_2O_5 mostra uma microestrutura de bloqueio altamente cristalina resultando em alta resistência ($726 \pm 63\text{ MPa}$) e translucidez.

No livro Invisível (2008), dos autores Kina e Bruguera, os capítulos 4 e 5 falam sobre as cerâmicas de dissilicato de lítio. Material de estrutura formada por várias fases, principalmente uma fase vítrea residual com uma fase cristalina dispersa, obtido por processo de ceramização no qual se controla o tamanho e a quantidade da fase cristalina. Isso influencia na resistência do material, pois quanto menor o cristal, maior a fração de seu volume, menor a distância média livre, maior a

resistência. Com uma fase cristalina forte, trincas geradas por pequenos defeitos de superfície, comumente causados por pontos de estresse presentes em estruturas frágeis como as cerâmicas, se propagarão na fase vítrea. A cerâmica dissilicato de lítio é ácido sensível, ou seja, é efetivamente condicionada pelo ácido fluorídrico (HF). Este age direta e seletivamente na matriz vítrea da cerâmica, removendo-a e expondo os cristais de dissilicato de lítio.

Martins et al.(2010) fizeram uma revisão de literatura sobre o comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas e seu comportamento mecânico durante a utilização clínica. Sobre a cerâmica a base de sílica reforçada por dissilicato de lítio, o artigo salientou serem quatro vezes mais resistentes que as cerâmicas feldspáticas.

Radz em 2011 publicou que os laminados cerâmicos foram utilizados inicialmente com técnica sem desgaste dental, com facetas de espessuras entre 0,5mm e 0,7mm. Porém problemas gengivais por sobrecontorno das restaurações começaram a surgir, mostrando a necessidade de uma abordagem minimamente invasiva, que criasse espaço para a peça restauradora. Outro problema foi a resistência das laminas, levando o desenvolvimento de cerâmicas vítreas reforçadas por cristais que podem apresentar espessura de 0,3mm. O autor relatou ainda que a experiência clínica e quase trinta anos de dados mostraram que os laminados cerâmicos são previsíveis e bem-sucedidos quando ligados ao esmalte. Que o desgaste mínimo do dente, a seleção adequada do material, a escolha do caso e o emprego de técnica apropriada são imprescindíveis para o sucesso do tratamento.

Guess et al. (2011) publicaram um estudo sobre a performance clínica e laboratorial dos sistemas cerâmicos. Em análise de difração de RX revelaram que o metassilicato de lítio (Li_2SiO_3) e cristobalite se formam durante o processo de cristalização, antes do crescimento dos cristais de dissilicato de lítio. Isso resulta numa microestrutura com cristais de dissilicato de lítio altamente entrelaçados (5 μm comprimento x 0,8 μm diâmetro). A expansão térmica entre os cristais e a matriz resulta em estresse compressivo tangencial em volta dos cristais, potencialmente responsável pela deflexão de fratura e aumento de resistência. Os cristais de dissilicato de lítio alinhados após a pressão térmica levam a múltiplas fraturas deflexivas. A evolução para a cerâmica dissilicato de lítio prensada aprimorou as

propriedades físicas do material como resistência flexural (440MPa) e translucidez, permitindo sua indicação monolítica para laminados finíssimos, inlays, onlays, coroas anteriores e posteriores, núcleos e pontes até três elementos.

Isgro et al. (2011) investigaram a tensão transitória e residual na vitrocerâmica prensada antes e depois do uso de cimento resinoso, por meio de perfilometria e teste de flexão. Sessenta discos cerâmicos (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) com espessuras distintas foram divididos em 3 grupos (A-C). Após condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 5% por 20s e silanização (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE) por 15 min, receberam uma camada de cimento (RelyX Veneer, 3M ESPE) que foi pressionado com placa de vidro e fotopolimerizado. A análise de perfilometria (Perfilometro Taylor Hobson) foi realizada antes e após o condicionamento ácido e após a aplicação do cimento. Os espécimes após tratados com HF apresentaram aumento significativo na magnitude de estresse quando comparado ao baseline (sem tratamento), assim como houve diferença também para o com cimento. Para o teste de flexão biaxial (método de 1 ponto - 1mm/min), ANOVA 1 passo e Tukey revelaram não haver diferença estatística entre as espessuras de cerâmica. Os autores concluíram que o condicionamento ácido e a cimentação adesiva tiveram impacto significativo no desenvolvimento e na magnitude do estresse da cerâmica investigada.

No caso clínico sobre restaurações cerâmicas como tratamento reabilitador, Fradeani et al.(2012) utilizaram a vitrocerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) como material restaurador. O desafio protético foi a realização de uma abordagem minimamente invasiva porem reabilitadora severa, pois os dentes estavam gravemente gastos. Os 28 dentes foram preparados, preservando o máximo possível de estruturadental existente garantido retenção e espaço para o material restaurador. A escolha da cerâmica foi devido as características do material, que possui aprimoradas propriedades físicas e opticas, garantindo variedade de uso, desde laminados com fina espessura a pontes fixas posteriores. As superfícies internas das restaurações foram condicionadas com ácido fluorídrico a 4,5% por 20s, lavadas e ultrassonadas em agua destilada por 3min. O silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent) foi aplicado por 60s, propiciando uma interação mecânica com adesivo (Syntac, Ivoclar Vivadent) e cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar Vivadent). Os dentes foram também condicionados com ácido

fosfórico a 37,5% (Ultra-Etch, Ultradent Products) por 30s no esmalte e 10s na dentina, e como para a cerâmica receberam aplicação do mesmo adesivo e as peças foram cimentadas. Foram devolvidas função e estética ao paciente. O desgaste dental para reabilitação com uma restauração de cerâmica é uma preocupação. Contudo, a preservação da estrutura dental, se possível em esmalte, deve fornecer suporte suficiente para apoiar a restauração, favorecendo a resistência do conjunto (dente /restauração), mesmo na presença de uma espessura reduzida de cerâmica.

Em 2013 da Cunha et al. descreveram a possibilidade de melhorar a estética com laminados cerâmicos, utilizando restaurações com pouca espessura de cerâmica e mínimo preparo dental. Procedimento este indicado para pacientes com pouco ou moderado desgaste e/ou pequena descoloração dental. O tratamento foi realizado com quase nenhum preparo dos dentes, mantendo a superfície toda em esmalte, moldagem com silicone de adição (Empress XT, 3M ESPE) e as laminas confeccionadas com cerâmica de Dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent). Para cimentação o dente foi condicionado com ácido fosfórico 37% por 30s, lavado e seco, recebeu aplicação de adesivo, o mesmo aplicado na superfície interna da cerâmica. Que foi condicionada com ácido fluorídrico 9,5% por 20s, silanizada (Porcelain Primer, Bisco), o adesivo (Scotch Bond, 3M ESPE) foi aplicado em uma camada e polimerizado. O cimento Rely X Veneer (3M ESPE) foi aplicado sobre a peça, que foi levada ao dente e fotopolimerizada por 30s em cada face (mesial, distal, vestibular e incisal) e em cada dente. O tratamento promoveu resultado estético satisfatório e preservação da estrutura dental.

Aboushelib e Sleem (2014) avaliaram a influência da estrutura interna da cerâmica de dissilicato de lítio (DL) na resistência adesiva à microtração. Blocos cerâmicos de IPS Empress 2 (DLconvencional), IPS.e.max CAD (DL com refinado cristal de alta resistência), e Celtra (DL reforçada com zircônia) foram cortados em discos e divididos em grupos que receberam os seguintes tratamentos de superfície: abrasão de partículas de vidro de 50µm (1,5 bar, 15 s de tempo de decapagem a 10 cm de distância) (PG 400, Hornisch + Rieth; Winterback, Alemanha) ou o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) aplicado durante 60s, seguido por lavagem com água destilada durante 30s e secagem com jato de ar. Discos sem tratamento de superfícies serviram como controle. Os espécimes foram limpos por

ultrassom em álcool etílico a 70% durante 12 minutos e secos a 80°C para remover a umidade. Superfícies representativas tratadas foram examinadas usando microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os discos receberam silano (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent) 60s e foram unidos a discos de resina composta (Tetric EvoCeram, Ivoclar Vivadent) utilizando um adesivo de resina (Variolink II, Ivoclar Vivadent). Após 3 meses estocados em água, os espécimes foram cortados em palitos e levados a máquina de ensaio universal (Instron 6022; Instron; High Wycombe, UK) para teste de microtração com velocidade de 0,5mm/min. Os dados foram analisados por meio de ANOVA 2 passos e teste post-hoc de Tukey ($\alpha = 0,05$). Teste de Levene da igualdade ($F=1,6$; $p<0,112$) indicou distribuição homogênea de valores de resistência de união entre todos os grupos testados. O modo de fratura foi observado em estereomicroscópio (SZ 11, Olympus; Osaka, Japan) com aumento de 120x de magnificação. A análise estatística revelou que a estrutura interna das cerâmicas influenciou significativamente os valores de resistência de união à microtração ($F = 67$, $p < 0,001$). A resistência a microtração da cerâmica Celtra foi significativamente maior ($30,4 \pm 4,6$ MPa) do que a de IPS Empress 2 ($21,5 \pm 5,9$ MPa) e IPS e.max cerâmica ($25,8 \pm 4,8$ MPa). Em relação à influência do tratamento de superfície, condicionamento com ácido fluorídrico ($32,5 \pm 2,7$ MPa) produziu significativamente maior resistência em comparação com os valores para abrasão ($27,1 \pm 4,2$ MPa) e controle ($21,7 \pm 3$ MPa) para todos os grupos de teste ($F = 232$, $p < 0,001$). Houve também interação significativa entre o tipo de cerâmica e de tratamento de superfície ($F = 10,6$, $p < 0,001$). O modo de falha também foi influenciado pelo tipo de tratamento de superfície. Para todas as cerâmicas testadas, a maior percentagem foi de falha adesiva. Essa percentagem foi reduzida quando a abrasão foi realizada, porém, o menor percentual de falhas adesivas foi observado com o condicionamento com HF. As imagens em MEV de IPS Empress2 antes do tratamento térmico de cristalização demonstraram uma matriz vítrea preenchida com cristais de dióxido de lítio imaturos e após o tratamento térmico de cristalização, os cristais de reforço atingiram o tamanho maduro. Imagens de IPS e.max cerâmica revelaram cristais homogêneos, menores e mais densos de dissilicato de lítio. Cerâmica Celtra demonstrou uma fase vítrea rica em cristais dissilicato de lítio, semelhantes aos de IPS e.max e enchimentos característicos de zircônia dispersos. O tratamento de abrasão resulta na abrasão da matriz vítrea, enquanto o condicionamento com HF produz uma superfície microporosa resultando

nos altos valores de resistência adesiva para todos os grupos. Concluindo, os autores alegaram que a resistência adesiva da cerâmica de dissilicato de lítio depende do tratamento de superfície e da composição química da cerâmica vítrea.

2.2 Condicionamento ácido

2.2.1 Ácido fosfórico

Foi com o trabalho de Buonocore em 1955 que se iniciou o conhecimento da Odontologia Adesiva. O autor apresentou um método simples de melhorar a adesão de resinas acrílicas à superfície do esmalte. Utilizou dois ácidos (ácido fosfórico e ácido fosfomolibdenoxálico) no tratamento superficial do esmalte para alterar suas características quimicamente. O tratamento com ácido fosfórico, além de ser mais fácil de utilizar, apresentou melhores resultados.

No trabalho de Rosa e Perdigão (2000) se confirmou que o esmalte apresenta alto conteúdo mineral e o ácido fosfórico promove uma desmineralização ao redor e no centro dos prismas de esmalte formando microporosidades. Isso aumenta a área e a energia livre na superfície do esmalte possibilitando a penetração de resina flúida com formação de micro extensões no interior dessas microrretenções, o que torna os procedimentos adesivos no esmalte mais previsíveis. A resistência de união de metacrilatos ao esmalte dental condicionado por ácido fosfórico (30-40%) por meio de teste de cisalhamento variou entre 18 e 25 MPa.

2.2.2 Ácido fluorídrico

O ácido fluorídrico (HF) é conhecido por sua habilidade em dissolver vidro e outros derivados de sílica ao reagir com o dióxido de silício (SiO₂), o principal componente da maioria dos vidros.

Este processo de dissolução pode ser descrito quimicamente pela equação abaixo:

O HF ao reagir com a matriz vítrea, que contém sílica e formas hexafluorosilicatos, dissolve esta matriz removendo-a seletivamente e expondo a estrutura cristalina. Isso remove ou estabiliza os defeitos da superfície da cerâmica criando micro canais retentivos (ZOGHEIB et al., 2011; PISANI-PROENÇA et al., 2006) formando uma superfície irregular adequada para adesão (ZOGHEIB et al., 2011; BORGES et al., 2003).

O objetivo principal do condicionamento ácido é aumentar a rugosidade superficial, para melhorar a retenção mecânica. Porém, o tempo de condicionamento e a concentração do ácido são fatores que devem ser controlados, pois, o aumento da concentração ou do tempo de ação do ácido sobre a superfície, pode levar a dissolução parcial dos cristais dentro da matriz vítrea da cerâmica (PEIXOTO, 2012).

Luo et al. (2001) estudaram os efeitos do aumento do tempo de condicionamento ácido na cerâmica a base de dissilicato de lítio por análise de rugosidade e topografia de superfície. Vinte e um discos cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) polidos e ultrassonados (acetona 5min) foram condicionados com ácido fluorídrico a 9,6% pelos tempos 0,10,20,30,60,90 e 120s e ultrassonados novamente. A análise das amostras em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) permitiu a clara visualização das mudanças na superfície, mostrou que ao aumentar o tempo de condicionamento muita matriz vítrea era dissolvida e muitos cristais sem suporte eram arrancados ou perdidos. Enquanto a Microscopia de Força Atômica (MFA) mostrou dados numéricos, quantificando essas alterações: a rugosidade media (R_a) aumentou de 6,6 – 278nm, a maior profundidade de vale (R_{max}) de 0,3 - 2µm. Concluindo, com o aumento do tempo de exposição ao ácido a superfície da cerâmica progressivamente se torna mais irregular e porosa, com presença de muitos vazios.

Borges et al. (2003) relataram que a composição e a microestrutura da cerâmica são importantes componentes para o substrato adesivo eficiente. Foram avaliadas a topografia de seis cerâmicas diferentes, 3 vitrocerâmicas (IPS Empress, Ivoclar Vivadent; IPS Empress2, Ivoclar Vivadent e Cergogold, Degussa Dental,

Hanau, Alemanha) e 3 cerâmicas aluminizadas (Procera, Nobel Biocare, Goteborg, Suécia; In Ceram Alumina e In Ceram Zir, Vita Zahnfabrik, Seefeld, Alemanha) tratadas com ácido fluorídrico a 10% (HF - 60s para leucita e 20s dissilicato e 120s aluminizadas) ou abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3) 50 μm por 5s/4bar. A análise de superfície em MEV mostrou que a abrasão alterou a morfologia superficial dos espécimes vitrocerâmicos, que topograficamente apresentaram irregularidades rasas inexistentes no grupo controle, sem tratamento. Esse tratamento não alterou a morfologia ou a topografia das cerâmicas aluminizadas. Para a cerâmica de dissilicato de lítio, o condicionamento com HF produziu cristais dispersos e alongados nas irregularidades rasas. Para as cerâmicas de leucita condicionadas com HF a superfície apresentou características morfológicas de favos de mel. As cerâmicas aluminizadas não alteraram sua estrutura superficial quando tratadas com ácido. Portanto, HF e abrasão produziram irregularidades nas superfícies das vitrocerâmicas, porém nenhum dos dois tratamentos promoveu mudanças superficiais nas cerâmicas aluminizadas.

Kiyan et al. (2007) avaliaram a resistência à tração do cimento resinoso a dois tipos de sistemas cerâmicos com diferentes tratamentos de superfície. Trinta amostras de cada sistema cerâmico (In-Ceram Alumina, Vita e IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram feitas de acordo com as instruções do fabricante e embutidos em resina de poliéster. Os espécimes foram distribuídos em três grupos com diferentes tratamentos de superfície (n=10): abrasão com óxido de alumínio 50 μm (APA); abrasão com óxido de alumínio 110 μm modificado com partículas de sílica (Rocatec Sistem-RS); uma combinação de abrasão + condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 120s sobre In-Ceram e durante 20s para IPS Empress2. Após os respectivos tratamentos de superfície, todos os espécimes foram silanizados, cimento resinoso (RelyX, 3M ESPE) foi aplicado sobre a superfície cerâmica e polimerizado. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24h e termocicladas 1100 x (5°C / 55°C). O teste de resistência à tração foi realizado em máquina universal de ensaios com velocidade de 0,5mm/min. Os valores médios de resistência de união (MPa) para IPS Empress2 foram 12,01 $\pm$ 5,93 (EAPA); 10,34 $\pm$ 1,77 (ERS) e 14,49 $\pm$ 3,04 (EHF). Os valores de resistência média de In-Ceram Alumina foram 9,87 $\pm$ 2,40 (IAPA) e 20,40 $\pm$ 6,27 (IRS). Todos os espécimes In-Ceram tratados com ácido fluorídrico 10% falharam durante os ciclos

térmicos. O sistema Rocatec foi o tratamento mais eficaz para a superfície cerâmica In-Ceram Alumina. E a combinação de abrasão com óxido de alumínio e condicionamento com ácido fluorídrico por 20s funcionou mais eficazmente para cerâmica IPS Empress2.

Hooshmand et al. (2008) compararam o efeito do condicionamento ácido da superfície das cerâmicas prensadas a base de leucita (L) e dissilicato de lítio (DL) na resistência de flexão biaxial. Quarenta discos cerâmicos (20 IPS Empress, Ivoclar Vivadent e 20 IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram prensados, polidos e limpos em ultrassom (5min em água destilada). Metade de cada grupo teve a superfície condicionada com ácido fluorídrico (HF) a 9% por 120s, lavados e ultrassonados por 15min em água destilada. Os outros 20 discos não receberam tratamento. A força biaxial flexural foi medida pelo teste de pistão de três bolas (ASTM Standard F394-78) na máquina universal de ensaios Zwick - Z100(Ulm, Germany) a 0,5mm/min. Os dados coletados foram submetidos à ANOVA 2 passos ($p < 0,05$) usando o programa SPSS. A microestrutura da cerâmica foi observada em MEV antes e depois do condicionamento. As imagens mostraram aumento de poros e irregularidades nas superfícies condicionadas das duas cerâmicas por dissolução da matriz vítrea expondo cristais de dissilicato nesta cerâmica. A média de resistência flexural biaxial em MPa para os grupos condicionados foi DL $250,56 \pm 34,61$; L $102,8710 \pm 15,39$ e para os grupos não condicionados DL $283,97 \pm 48,52$; L $118.5930 \pm 25,55$. A cerâmica DL apresentou maior média de resistência para os dois grupos. Contudo, o condicionamento reduziu a resistência à flexão para ambas as cerâmicas. Porém, não houve interação significativa entre o tipo de cerâmica e o condicionamento. Os autores concluíram que o condicionamento com HF pode ter efeito de enfraquecimento sobre as cerâmicas em questão.

Santos, em 2009, publicou artigo sobre diferentes materiais cerâmicos e técnicas usadas para cimentação adesiva. Sobre tratamento da superfície cerâmica, o autor reforça que a composição da cerâmica deve ser considerada para se definir a escolha do tratamento. Dependendo da fase vítrea presente, a cerâmica pode ser ácido sensível, as vitrocerâmicas feldspáticas reforçadas. Ou ácido resistentes, como as cerâmicas de alumina e zircônia. A vitrocerâmica de dissilicato de lítio é ácido sensível, sendo assim, o condicionamento ácido produz microporosidades na superfície da cerâmica aumentando a área de superfície para adesão, possibilitando

um entrelaçamento micromecânico do agente de união resinoso. Foi sugerido um protocolo de tratamento superficial para cimentação da cerâmica de dissilicato de lítio que consistiu em: abrasão com óxido de alumínio (partículas de 30-50µm), condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 20s e aplicação de silano por 60s.

Torres et al. (2009) avaliaram a resistência de união ao micro-cisalhamento entre um agente resinoso e quatro sistemas cerâmicos reforçados, sob diferentes tratamentos de superfície. Espécimes retangulares das cerâmicas IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent), Cergogold (DeguDent), In Ceram Alumina (Vita) e Cercon (DeguDent) foram fabricados e divididos aleatoriamente em três grupos: 1-sem tratamento; 2-condicionados com 9,5% de ácido fluorídrico (HF) por 20s, 60s e 120s de acordo com o tipo de cerâmica e 3- abrasão com de óxido de alumínio (50µm) por 15s. Após os tratamentos, as superfícies cerâmicas foram revestidas com um agente silano (Clearfil Porcelain Bond, Kuraray) por 20s, em seguida, cilindros de cimento resinoso (Panavia F, Kuraray) foram unidos às cerâmicas. Os espécimes ficaram imersos em água destilada por 24hs, sendo levados à máquina de ensaio universal EMIC (DL3000, São José dos Pinhais, PR, Brasil). O teste de micro-cisalhamento foi realizado para medir a resistência de união e os resultados submetidos à análise de variância e análise post hoc de Tukey ($p < 0,05$). ANOVA 2 passos mostrou que houve diferença significativa na resistência adesiva entre os tratamentos de superfície, ou seja, a resistência de união de todos os sistemas cerâmicos avaliados aumentou com o tratamento de superfície ($p < 0,05$). Os maiores valores de resistência de união para IPS Empress2 e Cergogold foram encontrados quando condicionadas com ácido fluorídrico. Para as cerâmicas InCeram alumina e Cercon, a abrasão propiciou melhores resultados. Três espécimes de cada grupo foram observados em microscopia eletrônica de varredura (MEV). As imagens mostraram que o condicionamento HF afetou a superfície das vitrocerâmicas, produzindo irregularidades rasas com cristais alongados para IPS Empress2 e favos de mel para Cergogold. A abrasão aumentou as irregularidades superficiais para todas as cerâmicas. Concluindo, o condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a resistência adesiva das vitrocerâmicas, embora não seja eficiente para as cerâmicas de alumina e zircônia.

Meng et al. (2010), avaliaram o efeito do tempo de condicionamento do ácido fluorídrico (HF) na durabilidade da união da resina com a cerâmica de vidro. Para

isso os autores utilizaram três grupos de amostras de vitrocerâmica (ProCAD), condicionadas com HF a 4,8% por 0, 30 e 60s, respectivamente. Os parâmetros de rugosidade (R_a , S_m , S) e a área de superfície das amostras foram medidas por escaneamento microscópico de laser 3D. Em seguida, as superfícies de cerâmica foram silanizadas e cimentadas com quatro cimentos resinos (Monobond S / Variolink II, Clearfil Primer Cerâmico / Clearfil Esthetic Cimento, GC Primer Cerâmico / Linkmax HV, e Porcelain Liner M / Superbond). As forças de micro-adesão entre a cerâmica e a resina foram testadas no baseline e após tratadas em 30.000 ciclostérmicos. Como resultados, o R_a [(3,89 $\pm$ 1,94), (12,53 $\pm$ 0,80), (13,58 $\pm$ 1,10) microm] e área de superfície (S_m) [(7,81 $\pm$ 2,96), (30,18 $\pm$ 2,05), (34,16 $\pm$ 1,97) mm²] aumentaram com o aumento do tempo de condicionamento com HF. Os testes de ciclos térmicos reduziram a resistência de união de todos os grupos testados. A resistência de união do Grupo Monobond S / Variolink II [(3,59 $\pm$ 3,51), (16,18 $\pm$ 2,62), (20,33 $\pm$ 2,45) MPa] e do Grupo Clearfil Primer Cerâmico / Cimento Clearfil Esthetic [(4,74 $\pm$ 2,08), (7,77 $\pm$ 1,55), (13,45 $\pm$ 3,75) MPa] aumentou com o aumento do tempo de condicionamento de HF. Grupo Liner M / Superbond condicionado por 30s apresentou maior resistência de união [(22,00 $\pm$ 1,64) MPa] do que a encontrada quando não condicionado [(12,96 $\pm$ 4,17) MPa]. Para os Grupos Liner M / Superbond [(20,42 $\pm$ 3,01) MPa] não houve diferença significativa entre os tempos de condicionamento 30s e 60s com HF. O tempo de condicionamento não teve efeito sobre a resistência de união de GC Primer Cerâmico / Linkmax HV. Os autores concluíram que o condicionamento com HF pode melhorar a durabilidade da ligação de resina à cerâmica de vidro, e o tempo de condicionamento não está apenas relacionado com a alteração da rugosidade da superfície de cerâmica e área, mas também com as características de resinas.

Brum e Mazur (2011) investigaram os efeitos de polir ou não a superfície da cerâmica base de dissilicato de lítio antes do tratamento com ácido ou microabrasão. Sessenta espécimes cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram divididos em 2 grupos (polido e não polido) e subdivididos em condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 20s e abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3 50 μ m) por 5s. O silano (Monobond, Ivoclar Vivadent) foi aplicado nas superfícies tratadas por 60s seguido de adesivo (ScotchBond MP, 3M ESPE) polimerizado por

20s. Cilindros preenchidos com cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar Vivadent) foram polimerizados por 60s sobre as superfícies tratadas. Os corpos de prova foram estocados a temperatura ambiente por 24h e então imersos em água destilada 37° por mais 24h. Após termociclagem (500x 5°-55°C) o teste de cisalhamento foi realizado na máquina de ensaio universal EMIC (DL3000, EMIC, São Jose dos Pinhais, PR, Brasil), utilizando fio ortodôntico e força de 20kgf com velocidade de 1mm/min. Os dados foram submetidos a ANOVA 2 passos que revelou não haver diferença estatística para resistência adesiva entre os grupos polidos e não polidos. Contudo, houve diferença entre os tratamentos. O teste de Tukey múltiplas comparações encontrou maior média de valores para o grupo polido+HF, porém sem diferença estatística para o grupo não polido+HF. As análises de falha foram observadas em MEV e mostraram maior porcentagem de falha coesiva (na cerâmica) para o grupo condicionado com HF e falha adesiva (cerâmica/resina) nos grupos abrasionados. Concluindo, o condicionamento com HF é o tratamento mais efetivo para resistência adesiva entre a vitrocerâmica e cimento resinoso, independente do estado inicial da superfície cerâmica, se polida ou não.

Zogheib et al., em 2011, analisaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento ácido sobre a rugosidade superficial e resistência à flexão da vitrocerâmica de dissilicato de lítio. Sessenta e cinco espécimes cerâmicos (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) em forma de barra (16x2x2mm) foram produzidos, polidos e ultrassonados em água destilada. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 5 grupos: A – controle: sem tratamento, B - E, condicionados com ácido fluorídrico (HF) a 4,9% por 20s, 60s, 90s e 180s, respectivamente. As superfícies tratadas foram observadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Perfilômetro para examinar a rugosidade das superfícies cerâmicas. Para determinar a resistência à flexão, o teste flexural usando um ensaio de flexão de 3 pontos foi realizado. Os dados foram analisados utilizando-se ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Todos os períodos de condicionamento produziram superfícies significativamente mais ásperas do que o grupo controle ($p < 0,05$). Os valores de rugosidade aumentaram com o aumento do tempo de condicionamento. Os valores médios da resistência à flexão foram (MPa): A = 417 ± 55 , B = 367 ± 68 , C = 363 ± 84 , D = 329 ± 70 , e E = 314 ± 62 . O condicionamento com HF reduziu a resistência à flexão com a elevação do tempo ($p = 0,003$). Em

conclusão, os resultados deste estudo mostraram que o aumento do tempo de condicionamento com HF afetou a rugosidade superficial e a resistência à flexão da cerâmica de dissilicato de lítio.

Dilber et al. (2012) avaliaram os efeitos dos tratamentos de superfície das cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspáticas por perfilometria e microscopia de força atômica (MFA). Cem discos cerâmicos (50 IPS Empress2 e 50 feldspática) foram divididos em 5 grupos de acordo com os tratamentos: abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3 50 μm , 20s), Al_2O_3 +Er:YAG laser (1mm distância, 500 mJ, 20 Hz, 10 W), Er:YAG laser, ácido fluorídrico (HF) a 5% por 20s, HF+laser. A rugosidade das superfícies tratadas foi avaliada em perfilômetro (Mitutoyo Surf Test SJ 201P/M; Mitutoyo Corp, Takatsu-ku, Japão) e um espécime de cada grupo foi analisado em MFA (NTEGRA Solaris, NTMDT, Rússia). A análise estatística não paramétrica foi realizada, o teste de Wilcoxon indicou que a rugosidade promovida com o jateamento foi significativamente diferente da rugosidade produzida por laser e HF ($p<0,001$). Para os testes de Mann Whitney e Kruskal Wallis os grupos tratados com abrasão e abrasão + laser exibiram valores de rugosidade média significativamente maior que os demais grupos ($p<0,05$). Imagens representativas em MFA das superfícies de ambas cerâmicas tratadas com as diferentes técnicas mostraram que os procedimentos de tratamento de superfície geraram topografias semelhantes, exceto para as superfícies tratadas com o laser, essas apresentaram irregularidade moderada com picos e vales, e menos aspereza do que foi conseguido com abrasão e HF. O grupo abrasionado teve os picos agudos mais distintos em comparação com os dos outros grupos. Concluindo, a abrasão criou uma superfície mais rugosa do que os outros métodos de tratamento de superfície ($p <0,05$). Não houve diferenças significativas na rugosidade da superfície após o condicionamento HF, o laser ou a combinação destes ($p <0,05$). Imagens de MFA das superfícies laser irradiadas mostraram irregularidades superficiais com picos e vales, e menos aspereza do que foi visível após a abrasão e condicionamento HF. Os grupos submetidos à abrasão mostraram superfície com picos agudos mais distintos do que os outros grupos.

Kara et al. (2012) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície (abrasão, condicionamento ácido, irradiação do laser) sobre a rugosidade da superfície de um núcleo cerâmico de dissilicato de lítio. Um total de 40 discos cerâmicos (IPS Empress2; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram

preparados (10x1mm) de acordo com as instruções do fabricante. Os espécimes foram divididos em quatro grupos ($n = 10$), e os seguintes tratamentos foram: abrasão com óxido de alumínio ($\text{Al}_2\text{O}_3 50\mu\text{m}$) por 20s, condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 5% por 20s, irradiação de laser Nd: YAG (1mm distância, 100 mJ, 20 Hz, 2 W) e Er: YAG (1 mm distância, 500 mJ, 20 Hz, 10 W). Após a determinação da rugosidade da superfície (R_a) por perfilometria, os espécimes foram examinados com microscopia de força atômica. Os dados foram analisados por análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey HSD ($\alpha = 0,05$). ANOVA 1 passo indicou que a rugosidade da superfície abrasionada a ar foi significativamente diferente da rugosidade superficial após a irradiação laser e condicionamento ácido ($P < 0,001$). O teste de Tukey HSD indicou que o grupo abrasão tinha significativamente maior média de rugosidade ($P < 0,05$) do que os outros grupos. Não foi encontrada diferença significativa entre o condicionamento ácido e irradiação com laser ($P > 0,05$). Abrasão aumentou a rugosidade superficial da superfície cerâmica de dissilicato de lítio de forma mais eficaz do que o condicionamento ácido e irradiação laser.

Yavuz et al., 2013 avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície (abrasão, condicionamento ácido e irradiação com laser) sobre a resistência ao cisalhamento de duas cerâmicas. Cem discos cerâmicos foram divididos em dois grupos de 50 discos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) e 50 discos de cerâmica feldspática (VITA VM 9). Cada um dos dois grupos foi dividido em cinco grupos de tratamento de superfície: Grupo SB, abrasão com partículas de óxido de alumínio ($50\mu\text{m}$); grupo HF, condicionamento com 5% de ácido fluorídrico (HF); grupo L, laser Er: YAG (distância, a 1 mm; 500 mJ, 20 Hz, 10 W; manualmente, sem contato peça de mão R14); grupo SB-L, abrasão + laser Er: YAG; e grupo HF-L, ácido + laser. Após os tratamentos, os espécimes receberam aplicação de silano (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray) e o cimento resinoso (Panavia 2.0) preencheu os tubos de tefloncimentando-os às superfícies cerâmicas. Após 24h de armazenamento em água, o teste de resistência ao cisalhamento foi realizado utilizando máquina de ensaio universal (TSTM 02500, Elista Ltd Sti, Istanbul, Turquia) a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os dados submetidos à análise de variância e teste de Tukey HDS ($\alpha = 0,05$). E o modo de fratura observado em estereomicroscópio (Olympus CX41, $\times 40$,

Japão). As médias de valores de resistência ao cisalhamento para a cerâmica de dissilicato de lítio em MPa: SB 6.10 ± 2.16 ab; HF 6.40 ± 1.72 ab; L 4.47 ± 2.48 b; SB–L 7.99 ± 3.48 a; HF–L 4.20 ± 1.61 b. ANOVA 2 passos indicou que a resistência ao cisalhamento foi significativamente afetada pelos métodos de tratamento de superfície ($p < 0,05$), mas não houve interação significativa entre os sistemas cerâmicos. Os resultados do teste de Tukey HSD para resistência ao cisalhamento da cerâmica de dissilicato de lítio revelaram diferenças significativas entre os grupos dessa cerâmica ($p < 0,05$). Embora o tratamento de abrasão + laser ter apresentado os maiores valores médios para ambos os sistemas cerâmicos. O modo de falha para as cerâmicas de dissilicato de lítio foi predominante falha adesiva (44 espécimes) e nenhum espécime exibiu falha coesiva. Seis falhas mistas foram expostas em ambos os sistemas cerâmicos. O estudo demonstrou que a resistência adesiva após tratamentos de superfície variou de acordo com o tipo de cerâmica. E para cerâmicas de dissilicato de lítio, a resistência ao cisalhamento foi significativamente diferente entre o grupo abrasão + laser (maior valor médio) e os grupos ácido + laser e laser sozinho (valores mais baixos), o que contraindicou estes tratamentos para uso clínico dentro dos parâmetros testados no estudo.

Kursoglu et al. (2013) avaliaram o efeito do condicionamento ácido e irradiação a laser na resistência ao cisalhamento da cerâmica de dissilicato de lítio ao cimento resinoso. Cinquenta e cinco blocos cerâmicos ($5 \times 5 \times 2$ mm; IPS Empress2, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) Foram fabricados e dividido em 5 grupos de acordo com o tratamento superficial recebido: 1- condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 9,5% por 60s, 2-4 irradiados com laser Er,Cr:YSGG (Millenium; Biolase Technology, Inc., San Clemente, CA, USA) (1mm distância, 300 mJ por 60s) com 1.5, 2.5, e 6 W, respectivamente, 5- sem tratamento. Silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE) e adesivo (Single Bond, 3M ESPE) foram aplicados nas superfícies tratadas seguidos pela cimentação de cilindros de resina (Filtek Z250, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) com cimento dual (Rely X ARC, 3M ESPE). Os corpos de prova ficaram imersos em água destilada 37°C por 24h. Foram então levados a máquina de ensaio universal Instron (Model 3345; Norwood, MA, USA) e submetidos ao teste de cisalhamento com velocidade de 1mm/min. Um espécime de cada grupo foi levado ao MEV (JSM-6335; JEOL, Tokyo, Japan) para observação de textura de superfície. Os resultados foram analisados por testes de Kruskal Wallis e

Mann Whitney usando o software SPSS (versão 15.0 for Windows; SPSS Inc., Chicago, IL, USA). Valores de $p < 0,5$ foram considerados para indicar diferenças significativas. A resistência adesiva foi significativamente maior para o grupo condicionado com HF. O tratamento com irradiação a laser aumentou a resistência adesiva ao cisalhamento apenas se comparado ao grupo sem tratamento. As imagens de MEV evidenciaram cristais de dissilicato de lítio nos espécimes tratados com ácido. O condicionamento ácido foi mais efetivo que qualquer tratamento de irradiação a laser.

Guarda et al. (2013) investigaram o efeito de dois tratamentos de superfície, da fadiga e da termociclagem na resistência adesiva à microtração da cerâmica de dissilicato de lítio ao cimento resinoso. Dezoito blocos cerâmicos (IPS e.max Press) foram divididos em 6 grupos de acordo com os tratamentos: 1-3 abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3 50 μm - Bioart, São Carlos, Brasil) por 5s, lavados e ultrassonados em água destilada por 20min e 4-6 condicionados com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 20s, lavados com água destilada por 60s e ultrassonados por 20min. Uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE) foi aplicada sobre as superfícies tratadas e secas com ar por 5s. Os blocos então receberam uma camada de adesivo (Single Bond, 3M ESPE) seca com ar por 5s e polimerizada por 10s e foram cimentados aos blocos de resina composta (Tetric NCeram, Ivoclar Vivadent) com cimento dual (RelyX ARC, 3M ESPE). Após 24h imersos em água destilada 37°C, os grupos 2 e 5 foram termociclados (3000x 5-55°C) e os grupos 3 e 6 fadigados (100 000 ciclos por 2Hz). Os grupos 1 e 4 serviram de controle, sem desgaste. Os espécimes foram seccionados em palitos, perpendicularmente a área adesiva e submetidos ao teste de microtração na máquina de ensaio EZ Test (EZS, Shimadzu, Tokyo, Japão) com velocidade de 0.5 mm/min até a fratura. Os dados foram submetidos à ANOVA 2 passos e teste de Tukey post hoc ($p < 0.05$) realizado para múltiplas comparações. Modo de fratura foi observado em microscópio óptico (Olympus Corp, Tokyo, Japão) com magnificação de 40x e em MEV (LEO 435 VP, Cambridge, Inglaterra). A distribuição de modos de falha mostrou que para os todos os grupos (controle, fadiga e termociclados) tratados com HF houve predominância de falha adesiva e falhas adesivas e mistas para o tratamento de superfície de abrasão. Imagens de MEV do grupo condicionado com ácido apresentaram mais irregularidades de retenção quando comparado ao grupo tratado por abrasão.

Fadiga e termociclagem diminuíram a resistência adesiva à microtração para ambostratamentos de superfície, quando comparado com os grupos de controle. Porém, não houve diferença estatística entre os grupos testados pós fadiga e termociclagem ($p < 0,05$). Para o grupo controle, sem desgaste de fadiga ou termociclagem, o tratamento de superfície HF 10% apresentou maiores valores de microtração, quando comparado com as amostras tratadas por abrasão.

Xiaoping et al., em 2014, avaliaram o efeito do condicionamento ácido e o cimento resinoso na resistência de flexão da cerâmica de dissilicato de lítio. Duzentas e dez barras cerâmicas (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) foram confeccionadas e divididas em 5 grupos condicionados com ácido fluorídrico (HF) a 9,5% pelos tempos 0,20,40,60 e 120s respectivamente. Dois espécimes de cada grupo foram examinados em microscopia de força atômica - MFA (Auto-probe CP Research System, Veeco Instruments, Sunnyvale, CA, EUA). Após o condicionamento ácido, metade de cada grupo recebeu uma fina camada de silano (Monobond N, Ivoclar Vivadent) 60s, aplicação de adesivo (Heliobond, Ivoclar Vivadent) e cimento dual (Variolink N base, Ivoclar Vivadent). Sobre o cimento, foi colocada uma lâmina de microscópio com película de polietileno e pressionada (9,8N) por 3min, depois polimerizada por 40s, mantendo constante a espessura do cimento (100 μ m). A outra metade dos grupos ficou sem tratamento. Os corpos de prova ficaram imersos em água destilada 37°C por 24h, metade foi então termociclada (10000x 5-55°C). O teste de flexão de 3 pontos foi realizado em máquina de ensaio universal (Synergie 100, MTS Co., Eden Prairie, MN, EUA) com velocidade de 0,5mm/min. Amostras representativas foram levadas em microscopia eletrônica de varredura com emissão de elétron (FE-SEM, S-4800, Hitachi Ltd., Tokyo, Japão) e os resultados analisados no software estatístico (SPSS 11.5, Inc., Chicago, IL, USA). A superfície altera os parâmetros de rugosidade com o aumento do tempo de condicionamento. Significantes diferenças nas médias dos valores de rugosidade são encontradas ao aumentar o tempo de condicionamento até 120s. ANOVA 3 passos provou que exceto para termociclagem, o tratamento HF e cimento resinoso afetam significativamente a resistência flexural. O HF reduz a média de resistência flexural com o aumento do tempo. Contudo, esta vai aumentando significativamente após a aplicação do cimento. A termociclagem não afetou a resistência flexural da cerâmica. Imagens de MEV mostraram superfície lisa para HF

0s. Quando aumentou o tempo de HF, porosidade e irregularidades também aumentaram por dissolução da matriz vítrea. Concluindo, o HF aumenta a rugosidade da superfície cerâmica, porém o condicionamento por tempo maior pode enfraquecer a cerâmica. O uso de cimento resinoso unido à superfície condicionada adequadamente, pode aumentar a resistência flexural da cerâmica.

Menees et al. (2014) mensuraram e compararam a resistência flexural da cerâmica de dissilicato de lítio tratadas por abrasão e condicionamento ácido. Noventa barras cerâmicas (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) confeccionadas de acordo com o fabricante, foram divididas em 9 grupos segundo os respectivos tratamentos: 1-4 abrasão com oxido de alumínio 30 μ m por 10s, variando as pressões 55,100,200 e 300 kPa; 5-9 condicionadas com ácido fluorídrico (HF) a 5% por 20s e 120s, HF a 9,5% por 20s e 120s. O grupo controle não foi tratado. O teste de flexão de 3 pontos foi realizado na máquina Instron com velocidade de 1mm/min. ANOVA 1 passo e teste de Dunnett determinaram as diferenças intergrupos ($\alpha=5$). Os grupos abrasionados 100, 200 e 300kPa produziram baixa resistência flexural quando comparados ao grupo controle, que não apresentou diferença significativa para o grupo abrasionado 55kPa. Para o tratamento com HF, 5% e 9,5% não diferiram significativamente do grupo controle. Contudo, HF 9,5% por 20s foi quase significativa. Concluindo, o condicionamento com HF deve ser usado para aumentar a retenção micromecânica e limpar a superfície da restauração antes da adesão.

Fonzar et al.(2014) publicaram o resumo do trabalho “Rugosidade da cerâmica de silicato e dissilicato de lítio após condicionamento ácido”, no qual avaliaram o efeito do ácido fluorídrico (HF) em diferentes tempos e concentrações sobre a superfície cerâmica. Foram utilizados trinta e dois espécimes com 1mm de espessura, dezesseis de silicato de lítio CAD-CAM pre cristalizados (Vita Suprinity T A3, Vita-Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) e 16 espécimes de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Shaan, Liechtenstein) que foram polidos, lavados em álcool 95% e secos. Os espécimes foram divididos em grupos de acordo com o condicionamento recebido: ácido na concentração de 5% e 9% e nos tempos de aplicação de 0s, 10s, 20s, 30s, 40s, 60s, 80s, 120s. Após os respectivos tratamentos todos os espécimes foram lavados em agua corrente e ultrassonados em álcool 95% por 3 min. As superfícies foram observadas em MEV e a rugosidade foi medida (SJ201P, Mitutoyo, JP). A correlação entre rugosidade média e tempo de

condicionamento foi analisada pelo Teste de correlação de Pearson. Os resultados demonstraram que, para ambos os materiais, a rugosidade aumentou com o tempo e com a concentração do ácido, estabelecendo uma relação significativamente positiva entre tempo e rugosidade em todos os grupos ($p < 0,001$). Os autores concluíram, portanto, que a rugosidade das cerâmicas testadas foi influenciada pela concentração do ácido assim como pelo tempo de condicionamento.

2.3 Silano

Numerosos estudos advogam que as maiores resistências de união foram encontradas usando a combinação de condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico e uso de agente silano. O emprego do silano melhora a união das resinas com a cerâmica a base de sílica (PEIXOTO, 2012).

O silano é conhecido por ser hidrofóbico, que é a propriedade que se acredita reduzir a degradação hidrolítica da ligação. Ele também pode melhorar a molhamento da superfície cerâmica pelo adesivo, uma vez que a superfície revestida de silano é organofílica para o adesivo (DELLA BONA, 2004).

Calamia e Simonsen (1984) avaliaram o efeito de dois agentes de união, silano, comercialmente disponíveis, na força de adesão da porcelana condicionada com ácido. Quarenta discos de porcelana foram confeccionados em uma matriz de liga não preciosa e divididos em quatro grupos. Os primeiros três grupos foram uniformemente condicionados por 20 minutos em uma solução de ácido fluorídrico e sulfúrico. As superfícies condicionadas foram inteiramente lavadas e secas. No grupo 1, os discos foram cobertos com uma camada de resina não completa e cimentados a um cilindro de resina composta. Nos grupos 2 e 3, os discos foram tratados com dois diferentes agentes de união silano comercialmente disponíveis a uma condição prévia para cimentação da porcelana à resina composta. No grupo 4, as amostras não foram condicionadas, a porcelana foi tratada como no grupo 3 com o agente de união silano previamente à cimentação. Todas as amostras foram testadas na máquina universal de teste Instron. As médias dos valores para a força de adesão dos grupos foram as seguintes: Grupo 1: 1.662 psi; Grupo 2: 1.638 psi; Grupo 3: 2.078 psi e Grupo 4: 1.198 psi. Ficou claro pelos resultados obtidos que a

porcelana condicionada tem uma grande importância em toda parte da força de adesão e depois o agente de união silano, apesar de os melhores resultados terem sido obtidos com o uso de uma combinação da porcelana condicionada com o agente de união silano específico.

Spohr et al. (2003) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície cerâmica na resistência adesiva à tração entre blocos cerâmicos de dissilicato de lítio e cimento resinoso com e sem aplicação de silano. 120 discos cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram divididos em 6 grupos: 1-3 com silano (ScotchBond Ceramic Primer, 3M ESPE) e 4-6 sem silano, previamente submetidos à abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3) 100 μm , 50 μm e condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 20s. Após os tratamentos, as superfícies receberam aplicação de adesivo (Single Bond, 3M ESPE) em 1 camada, seco 5s e polimerizado 10s; e foram cimentadas aos pares com cimento RelyX ARC (3M ESPE). Ficando imersos 24h em água destilada e estufa 37°C, seguiram para termociclagem (500x – 5 a 55°C) e depois para o teste de tração. As superfícies fraturadas foram observadas em estereomicroscópio (20x) para classificar o tipo de falha em todos os grupos. Os resultados mostraram que com aplicação do silano a resistência adesiva dos espécimes tratados com HF foi significativamente maior que para os grupos jateados. E para os grupos sem silano os resultados foram similares. O condicionamento com HF10% resulta na dissolução da matriz vítrea em microns de profundidade expondo cristais de dissilicato. Esse tratamento altera a morfologia superficial, aumentando a área de superfície favorecendo a infiltração e retenção do material adesivo, deixando a superfície cerâmica mais retentiva. As falhas terem sido predominantemente mistas foi provavelmente devido à superfície mais retentiva. HF+Silano produziu alta resistência adesiva, contudo, a retenção superficial promovida pelo condicionamento ácido sem silano foi suficiente para obter também alta resistência adesiva. Concluindo, o uso de silano foi efetivo para aumentar a resistência adesiva cerâmica/resina. O condicionamento com HF10% aumentou a resistência adesiva a tração. E a combinação HF e silano promoveu forte adesão entre a cerâmica de dissilicato de lítio e a resina.

Della Bona et al. (2004) testaram a influência do tratamento de superfície com condicionamento químico e silano na adesão de resina à cerâmica. Foram utilizados 80 espécimes cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent), divididos em 8 grupos: 1

e 3- polido, 2 e 4-condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 9,5% por 60s, 5- condicionamento com fluorfosfato acidulado (FPA) por 120s, 6- aplicação de Silano (S) por 60s, 7-HF+S, 8- FPA+S. Dois procedimentos experimentais foram realizados: (1) para determinar o efeito do meio de sondagem sobre o ângulo de contato; e (2) investigar o efeito de condicionamento e de aplicação de silano sobre o ângulo de contato usando uma resina líquida como sondagem médias. Para realizar as análises foi utilizado o método: CAHN DCA-312 Analyzer (Cahn Thermo, Madison, WI, USA). A análise topográfica da superfície mostrou que o tratamento com HF produziu efeito mais agressivo que o FPA. A aplicação de silano cobriu completamente a superfície condicionada, preenchendo as irregularidades superficiais deixadas pelo condicionamento. O silano polimerizou junto com o adesivo, promovendo retenção mecânica, confirmada pelos tags de resina na superfície condicionada e silanizada. Os espécimes não silanizados apresentaram menor ângulo de contato (HF>FPA>polidos), porém quando silanizados não houve diferença estatística entre os grupos. ANOVA 1 passo mostrou que houve uma interação estatisticamente significativa entre silanização e os tratamentos de superfície, sugerindo que independente do tipo de condicionamento, a silanização tornou-se necessária.

Meyer et al.(2005) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência adesiva da cerâmica de dissilicato de lítio à microtração. Foram utilizados 4 blocos cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent), divididos em 4 grupos: 1- condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 9,5% por 20s + silano (S - Rely X Ceramic Primer, Ivoclar Vivadent) por 180s, 2- S 180s, 3- HF 20s, 4- sem tratamento. Depois de tratados, receberam adesivo (ScotchBond, 3M ESPE) polimerizados 20s e resina composta (Filtek 250, 3M ESPE) polimerizadas 40s. Após 24h as amostras foram cortadas em palitos e levadas à máquina de ensaio universal (Instron, Modelo 4444, Canton, Mass, EUA) para realização dos testes de tração. Os resultados analisados por ANOVA 1 passo e teste “t” de Bonferroni demonstraram que a resistência adesiva foi significativamente afetada pelo tratamento de superfície. O modo de fratura analisado em MEV mostrou que as falhas ocorreram na zona de adesão. O grupo 1 (tratado com HF+S) apresentou maior valor de resistência à microtração. O grupo S teve melhor desempenho

adesivo que o grupo HF. Concluindo, o tratamento de superfície é importante para adesão e o silanose mostrou o maior responsável pela união resina/cerâmica.

Nagai et al. (2005) avaliaram as características adesivas da cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) submetidas a 3 diferentes tratamentos superficiais combinados ou não com silano. Discos cerâmicos foram divididos em grupos de acordo com o tratamento superficial: condicionamento com ácido fosfórico (P) a 37% por 60s, com ácido fluorídrico (HF) a 5% por 20s e abrasão com oxido de alumínio 70µm por 10s. Metade dos espécimes de cada grupo recebeu aplicação de silano (Monbond S, Ivoclar Vivadent ou Porcelain Liner M, Bisco) e a outra metade foi cimentada sem silano. O adesivo (Heliobond, Ivoclar Vivadent) foi aplicado previamente ao cimento (Variolink II, Ivoclar Vivadent ou SuperBond C &B, Bisco) correspondente ao silano. Trinta minutos depois da cimentação os corpos de prova foram imersos em água a 37°C. Após 24h os espécimes foram levados para máquina de teste de cisalhamento (ISO/TR 11405 shear-testing jig), metade de cada grupo recebeu termociclagem (100 000x 5-55°C) previa. Os valores de cada grupo foram comparados por ANOVA 3 passos e os modos de fratura avaliados em microscópio óptico. Os resultados mostraram para o tratamento de superfície, HF foi mais efetivo em aumentar a resistência adesiva, especialmente para os espécimes não silanizados. E esses tiveram a resistência adesiva reduzida após a termociclagem. A aplicação de silano elevou a resistência adesiva independente do tipo de tratamento superficial e da termociclagem. A análise do modo de fratura revelou que falha adesiva ocorreu para todas as amostras dos grupos tratados com ácido fosfórico não silanizados e para cinco grupos termociclados. Enquanto os cinco grupos restantes apresentaram falha tipo mista para todas as amostras. Os autores concluíram que a durabilidade adesiva da cerâmica de dissilicato de lítio pode ser alcançada pela aplicação combinada de HF+silano.

Pisani-Proença et al. (2006) avaliaram a resistência adesiva a microtração de cimentos resinosos à cerâmica a base de dissilicato de lítio submetida a dois tratamentos de superfície. Dezoito blocos cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram utilizados, metade condicionada com ácido fluorídrico (HF) a 5% por 20s + silano (S – Monobond S, Ivoclar Vivadent) 60s e 9 sem tratamento. A cimentação dos blocos cerâmicos em blocos de resina (TetricCeram, Ivoclar

Vivadent) foi feita com três cimentos diferentes (RelyX Unicem, 3M ESPE; Multilink, Ivoclar Vivadent; Panavia F, Kuraray). Após 7 dias em estufa 37°C e imersos em água destilada, os espécimes foram cortados em palitos e levados a máquina de teste Instron (Modelo 5567, Instron Corp, Canton, Mass, EUA) sendo metade de cada grupo previamente termociclada (5000x 5-55°C). A análise de fratura foi feita em estereomicroscópio (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tokyo, Japão - magnificação de 40x) e constatou que todas as falhas foram adesivas. Sendo que falhas espontâneas ocorreram somente nos grupos não tratados. Os dados de resistência adesiva à tração foram submetidos a ANOVA 2 passos que demonstrou a influência dos fatores cimento e tratamento superficial serem variáveis dependentes. Os resultados do teste de Tukey múltiplas comparações mostraram que para os grupos não condicionados, o cimento RelyX Unicem apresentou maior resistência adesiva que os outros 2. E para os grupos tratados (HF+S) a resistência adesiva produziu maiores valores estatísticos, sendo RelyX Unicem > Multilink > Panavia F. Por tanto, o tratamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico combinado com silano tem influência positiva na cimentação da vitrocerâmica de dissilicato de lítio.

Porto, em sua dissertação (2006), avaliou a superfície interna de dois sistemas cerâmicos, após diferentes tratamentos de superfície, por meio de rugosimetria e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram utilizadas as cerâmicas IPS Empress2 (Ivoclar Vivadent) e InCeram Alumina (Vita). Cinquenta pastilhas de cada sistema cerâmico foram confeccionadas e divididas em 4 grupos: sem tratamento (controle); condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 60s, HF+abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3 50 μm) por 20s, Sistema Cojet (20s/2,8bar) e Laser Nd:YAG. Para os resultados de rugosidade, com medidas padronizadas em Ra, foi realizada a análise estatística por meio de ANOVA e teste de Tukey ($p < .001$). Para os grupos controle de ambas cerâmicas testadas, as análises evidenciaram os valores de rugosidade mais baixos. Para o Sistema InCeram Alumina, os tratamentos (HF, Sistema Cojet e Laser Nd:YAG) não tiveram diferença estatisticamente significativa; já para o Sistema IPS Empress2, todos os tratamentos foram estatisticamente diferentes. As fotomicrografias em MEV mostraram características diferentes para os tratamentos peculiares a cada sistema cerâmico. Concluindo, os meios físicos e químicos empregados no tratamento superficial das cerâmicas foram capazes de provocar microrretenções. O sistema

IPS Empress2 mostrou maiores valores de rugosidades quando submetido ao HF10%, seguido de HF+Al₂O₃ e Cojet. O sistema InCeram Alumina apresentou os menores níveis de rugosidade para todos os tratamentos testados.

Martinlinna e Vallittu (2007), fizeram uma revisão de literatura sobre os aspectos químicos da superfície cerâmica condicionada para adesão a resina composta. Sobre o silano relataram que funcionam como mediadores e promover a adesão entre matrizes inorgânicas e orgânicas através de dupla reatividade. Em geral, os silanos são utilizados para o pré-tratamento da superfície, a fim de promover a adesão. Podem também ser vistos como materiais para aumentar a energia superficial de uma cerâmica condicionada de modo que a resina composta hidrofóbica possa penetrar mais facilmente. Silanos são trialcóxi organofuncionais. Geralmente, os ésteres de silano têm fórmula geral RY-SiX₃, em que R é um grupo orgânico não-hidrolisável, Y um ligante (normalmente, uma ligação de propileno) e X um grupo hidrolisável. Esse agente de ligação, silano, é bifuncional, ou seja, tem dupla reatividade: o grupo funcional não hidrolisável com uma dupla ligação carbono-carbono pode polimerizar com monômeros de resina composta contendo ligações duplas. E os grupos alcoxi hidrolizáveis (por exemplo, metoxi -O-CH₃, -O-CH₂CH₃ etoxi), reagem com o grupo hidroxila, ligando-se à superfície cerâmica devido ao condicionamento ácido. Para as vitrocerâmicas, cerâmicas cuja matriz contem sílica ou silicatos, além de retenção micromecânica, o condicionamento com HF promove a formação de grupos hidroxila. O silano mais aplicado na odontologia é o 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS), geralmente pré-hidrolisado (pré ativado) e diluído em solução de etanol-água (ca. 1-2%, pH 4-5), ajustado com ácido acético. Tendo baixa concentração, garante uma vida em prateleira relativamente longa, tal como 2-3 anos, para a solução de silano. Esse MPS é usado para otimizar e promover a adesão entre metal-resina, cerâmica-resina e resina-resina.

Panah et al. (2008) avaliaram a influência do tratamento de superfície da cerâmica de dissilicato de lítio na resistência adesiva ao microcisalhamento. Dezesesseis placas cerâmicas (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram divididas em 8 grupos com os seguintes tratamentos superficiais: 1- sem tratamento, 2- abrasão com óxido de alumínio (Al₂O₃ 50µm) por 15s, 3- condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 9,6% por 60s, 4- aplicação de silano (Monobond-S, Ivoclar Vivadent) (S) espera de 180s+ar por 30s, 5- Al₂O₃+HF, 6- Al₂O₃+S, 7- HF+S, 8-

$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{HF} + \text{S}$. Aplicou-se adesivo (Heliobond, Ivoclar Vivadent) e cilindros de resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar Vivadent) foram confeccionados sobre as superfícies tratadas e polimerizados por 40s e estocados em água destilada e estufa 37°C por 24h. Os testes foram realizados em máquina de ensaio universal (EZ Test, 500N) utilizando-se fio ortodôntico para cisalhar cada cilindro. Os dados foram submetidos ao programa SPSS (SPSS 11.5, SPSS, Chicago, IL, EUA) para realização de análise estatística. ANOVA 1 passo indicou que a resistência adesiva foi significativamente afetada pelo tratamento de superfície. O teste de Dunnett T3 múltiplas comparações, mostrou que $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{HF} + \text{S}$, $\text{HF} + \text{S}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{S}$ tiveram significativa resistência adesiva maior que os demais grupos, apesar de não diferirem significativamente entre si. Os grupos HF, S e $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{HF}$ não apresentaram diferença significativa para resistência. Os grupos controle e abrasão tiveram os menores valores de resistência sem diferença estatística. Para determinar o modo de fratura os espécimes testados foram levados ao MEV. O grupo sem tratamento apresentou falha adesiva predominantemente. Os grupos sem silano apresentaram falhas adesivas ou mistas e para os grupos tratados combinados com silano a maioria das falhas foram coesivas ou mistas. Concluindo, houve diferença significativa na resistência a fratura da cerâmica dependendo do método de tratamento de superfície. O tratamento combinado com abrasão de óxido de alumínio seguido por condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do agente silano renderam os maiores valores de resistência ao cisalhamento.

A tese de doutorado de Peixoto (2012), pesquisou o efeito de diferentes métodos de silanização e aplicação de ácido fluorídrico sobre a resistência à microtração da cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) ao cimento resinoso (Rely X ARC, 3M ESPE). Quarenta blocos cerâmicos divididos em 8 grupos de acordo com os tratamentos superficiais: 1- condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 20s + silano não hidrolisado (Enforce, Dentsply) (SNH) seco a temperatura ambiente, 2- HF 20s + silano pré hidrolisado (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE) (SPH) temperatura ambiente, 3- HF 10s + SNH seco com ar quente (50°C 2 min), 4- HF 10s + SPH ar quente 2min, 5- SNH ar quente, 6- SPH ar quente, 7- SNH temperatura ambiente, 8- SPH temperatura ambiente. Após os tratamentos as cerâmicas receberam aplicação de adesivo (Scotchbond MP, 3M ESPE) polimerizado por 10s e foram cimentados a blocos de resina composta

(Z250, 3M ESPE). Os corpos de prova ficaram armazenados em água destilada por 24h, depois cortados em palitos e levados à máquina de ensaio universal EMIC para realização dos testes de microtração (0,5mm/min). Diante dos resultados obtidos, ANOVA e teste de Dunnett foram realizados mostrando que o grupo tratado com HF+SPH a temperatura ambiente obteve os maiores valores de resistência, diferindo-se dos demais grupos. A análise dos padrões de fratura realizada em MEV mostrou maioria de falhas adesivas para os grupos 3,5,7 e 8. As falhas mistas predominaram para os grupos 1, 2 e 4. Fazendo uma correlação entre média de resistência e modo de fratura, a autora percebeu que a medida que a resistência aumentava, diminuía a quantidade de falha adesiva e aumentava a falha mista, enquanto que, quando diminuía a resistência no teste, ocorria o inverso das falhas. Concluindo, quando não se usar HF, a aplicação de SPH deve ser associada ao tratamento térmico. Se reduzir o tempo de condicionamento de HF para 10s, a aplicação de silano (pre hidrolisado ou não) deve ser aquecida (50°C). SNH deve ser usado em superfície tratadas com HF. O condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 20s combinado a aplicação de silano pre hidrolisado em temperatura ambiente foi o melhor tratamento.

Colares et al. (2013) avaliaram a influência dos tratamentos de superfície e a temperatura de secagem do silano na resistência de união de resina composta à cerâmica de dissilicato de lítio. Vinte blocos (7x7x5 mm) cerâmicos (IPS e.max CAD; Ivoclar Vivadent) foram fabricados e aleatoriamente divididos em quatro grupos: G1: condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 9,5% por 20s + silano (S- Rely-X Ceramic Primer; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) seco com ar à temperatura ambiente por 60s; G2: condicionamento HF por 20s + S seco com ar aquecido a 45 ± 5 °C por 15s; G3: abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3 50 μm) por 5s e S seco com ar aquecido; G4: Al_2O_3 50 μm +S seco com ar à temperatura ambiente. Após os tratamentos, o adesivo (Adper Single Bond 2, 3M ESPE) foi aplicado, fotoativado (10s) e foi construído um platô de resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE). Cada espécime foi armazenado em água destilada a 37 °C por 24h e cortados em forma de palito para a realização do teste de microtração na máquina de ensaio universal (Instron 4484; Instron Inc., Canton, MA, USA). Os dados foram submetidos à ANOVA e ao teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha=0,05$) utilizando o programa estatístico do software STATA SE 9.1 for Windows (STATA; College Station, TX,

USA). Os grupos tratados com HF+S (aquecido ou não) apresentaram maiores valores de resistência de união que abrasão+silano aquecido ($p < 0,05$). E não apresentaram diferença estatística entre suas médias de valores ($p > 0,05$). Todos os espécimes tratados com abrasão+silano ambiente falharam no momento de palitamento, o grupo foi eliminado. Os modos de fratura foram avaliados em estereoscópio (StereoZoom® Leica S8 APO; Leica Microsystems, Wetzlar, Germany) com magnificação de 80x. Observou o predomínio de falha mista. Concluindo, o condicionamento da superfície cerâmica de dissilicato de lítio com HF combinado ao silano foi eficiente.

Makishi et al. (2016), pesquisaram o efeito do tempo de armazenamento sobre o desempenho de força de adesão de adesivos multimodos para Resina Indireta e Cerâmica a base de Disilicato de Lítio, após 24 horas e um ano de armazenamento de água. Além dos trinta espécimes de resina, foram preparadas trinta placas de cerâmica a base de dissilicato de lítio (IPS e.max Press). Essas superfícies foram pré-tratadas utilizando ácido fluorídrico (10%, 20s). Os espécimes foram unidos com um dos dois adesivos multimodos (Scotchbond Universal [SBU] ou All-Bond Universal [ABU]), tendo o silano (RelyX Ceramic Primer) e adesivo (Adper Scotchbond Multi-Purpose Bond) como controle ($n = 10$). Cilindros de resina (0,75 mm de diâmetro x 0,5 mm de altura) foram unidos as superfícies (placas de resina e de cerâmicas) utilizando os respectivos adesivos. Após 24 horas e um ano de armazenagem em água, o desempenho da união foi medido por ensaio de resistência ao microcisalhamento (MSBS). Os resultados foram analisados utilizando ANOVA de três vias com testes post hoc de Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Para as cerâmicas de vidro, observaram resistências de adesão significativamente diferentes entre os adesivos após 24 horas (controle = ABU > SBU) e um ano (controle > SBU = ABU; $p < 0,05$). Os autores concluíram que frascos separados de silano e adesivo apresentaram valores de força de adesão mais elevados e união mais duradoura para cerâmica à base de dissilicato de lítio.

2.4 Tratamento Adesivo e Cimentação

Piwowarczyk et al. (2004) determinaram a resistência adesiva ao cisalhamento de agentes cimentantes a peças protéticas. As cerâmicas prensadas IPS Empress e IPS Empress2 (ambas Ivoclar Vivadent) foram tratadas com ácido fluorídrico a 5% por 90s e 20s respectivamente e receberam aplicação de silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent) por 60s. A cerâmica Procera all Ceram (Nobel Biocore, Gothenburg, Suecia) foi tratada com abrasão de oxido de alumínio (Al_2O_3 100 μm , 2.8bar, 10mm, 10s). Doze cimentos foram testados, entre eles 4 eram de presa dual convencional (RelyX ACR, 3M ESPE; Panavia F, Kuraray; Variolink II, Ivoclar Vivadent; Compolute, 3M ESPE) e 1 dual autoadesivo (RelyX Unicem, 3M ESPE). Cilindros de resina composta (Herculite XRV, Kerr, Orange, CA,EUA) foram cimentados nas superfícies tratadas mantendo pressão digital por 20s e então polimerizados por 20s em 4 direções diferentes. Metade dos espécimes foram testadas 30min após cimentadas, a outra metade 14 dias depois, ficando estocadas em agua destilada e termocicladas (1000x 5-55°C) pre teste. O teste de resistência ao cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal Instron (modelo TTCL, Instron Engineering, Canton, MASS, EUA) com velocidade de 0,5mm/min. O modo de fratura foi observado em microscópio light com magnificação de 30x. Analise de variância multifatorial foi realizada. ANOVA 3 passos mostrou interação estatisticamente significante para substrato, cimento e tempo. Para cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress2) a ANOVA 2 passos mostrou significante diferença para os cinco grupos de cimentos testados após 14 dias em agua e termociclados ($p < 0.001$). Variolink II exibiu a maior resistência não diferindo estatisticamente de Compolute e RelyX Unicem. No teste de 30 min para cerâmica IPS Empress2 a falha adesiva (cimento/cerâmica) predominou para todos os cinco cimentos. Após 14 dias, falhas coesivas foram encontradas nos cimentos Panavia F (30%), Variolink II (70%) e RelyX Unicem (40%). Concluindo, os cimentos de presa dual apresentaram boa resistência adesiva no teste realizado após 30min de cimentação e mantiveram essa resistência no teste realizado após 14 dias de imersão em agua e termociclagem.

Kumbuloglu et al. (2005) avaliaram a resistência adesiva ao cisalhamento de cinco diferentes cimentos resinosos (Panavia 21 e Panavia F (Kuraray), Variolink II (Ivoclar Vivadent), RelyX Unicem Applicap e RelyX ARC (3M ESPE) aderidos a

cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress 2; Ivoclar Vivadent). Os tratamentos da superfície cerâmica obedeceram aos protocolos dos cimentos, sendo relevantes os cimentos Variolink II e Rely X ARC. Cujo tratamento para superfície cerâmica consistiu em condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 9,6% por 60s e aplicação dos respectivos silanos (Monobond S, 60s e RelyX Ceramic Primer, 5s) e adesivos (Heliobond e Single Bond, 5s). Após cimentados, os corpos de prova ficaram imersos em água destilada e estufa 37°C por 24h. Metade dos corpos de prova de cada grupo foi levada para máquina de ensaio universal (Lloyd LRX, Lloyd Instruments Ltd, Fareham, UK) para teste de cisalhamento e a outra metade foi termociclada (6000x 5-55°C) previamente ao teste. Os espécimes testados foram analisados em MEV (JSM 5500, Jeol Ltd, Tokyo, Japão). A análise estatística realizada em SPSS System para Windows, Release 10.0.5/1999 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA), sendo as medias do teste de resistência analisadas por ANOVA e teste de Dunnett T3 post hoc para múltiplas comparações. Os resultados mostraram que os maiores valores de resistência sem termociclagem foram para o cimento RelyX ARC e pós termociclagem para Variolink II. A análise de fratura para esses dois grupos foi coesiva, para os demais cimentos as falhas foram adesivas. Os autores concluíram ter existido diferença de resistência adesiva entre os cimentos e a cerâmica. O condicionamento com HF propicia melhores valores de resistência adesiva ainda que a diferença na composição química dos cimentos possa ter influência.

Prakki et al. (2007) avaliaram a resistência a fratura de placas cerâmicas cimentadas em dentina em função da espessura da linha de cimento. Oitenta placas, 1mm e 2mm de espessura, foram divididas em 8 grupos, condicionadas com ácido fluorídrico (HF) a 10% por 60s, silanizadas (Ceramic Primer), receberam o adesivo (Single Bond, 3M ESPE) e foram cimentadas com cimento dual (Rely X ARC, 3M ESPE). As espessuras da linha de cimento variaram entre 100µm, 200µm e 300µm. O teste de compressão, na máquina EMIC, foi realizado 24h após a cimentação dos espécimes e os valores de fratura registrados em Newton(N). ANOVA um passo e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) foram usados para cada espessura de cerâmica, comparando os valores de fratura entre as espessuras de cimento. Concluindo os autores relataram que a maior espessura de cimento aumentou a resistência a fratura para placas de 1mm e que para placas de 2mm essa espessura não

influenciou. Porém, não houve diferença estatística entre os grupos com diferentes espessuras da linha de cimento.

Cekic-Nagas et al. (2010) investigaram o efeito da linha de cimento resinoso na resistência adesiva ao cisalhamento da resina de núcleo a cerâmica de dissilicato de lítio. Quarenta discos cerâmicos (IPS Empress2, Ivoclar Vivadent) foram tratados com ácido fluorídrico a 120s e silanizados (ESPE Sil, 3M ESPE) por 30s, foram aderidos a blocos de resina (Bis-core, Bisco e Smiles, Pentron) com cimento resinoso (Bifix QM, Voco) em espessuras 50µm e 100µm. Após a polimerização, os espécimes foram imersos em água destilada 37°C por 24h. O teste de cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal (Lloyd LRX, Lloyd Instruments) com velocidade 0.5 mm/min. O modo de falha foi analisado em estereomicroscópio (Wild M3B). Dois espécimes de cada grupo foram analisados em MEV (Carl Zeiss). Os dados foram analisados por ANOVA 2 passos e teste “t” independente com nível de significância $p=0.05$ (SPSS software, SPSS). As análises revelaram que tanto o tipo de resina como a espessura do cimento tiveram efeito significativo na resistência adesiva ($p<.001$). Para espessura de cimento de 50µm o tipo de bloco de resina influenciou, mas para 100µm não houve diferença estatística. As falhas adesivas predominaram para 50µm de espessura, já para 100µm falha coesiva de cimento foi a maioria. Como conclusão os autores relataram que aumentar a espessura do cimento pode ter efeito negativo na resistência adesiva de resina Bis-core à cerâmica, contudo, resina composta pode servir de núcleo para a cerâmica de dissilicato de lítio.

Sá, em 2011, pesquisou a resistência de união da vitrocerâmica de dissilicato de lítio cimentada em esmalte bovino utilizando dois métodos de cimentação, fotoativação previa do adesivo X fotoativação simultânea ao cimento. Oitenta discos cerâmicos (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) condicionados com ácido fluorídrico a 10% por 60s, lavados e ultrassonados em água deionizada por 5min, receberam aplicação de silano (Ângelus, Londrina, PR, BR) seco em 60s com ar quente ($45\pm5^{\circ}\text{C}$, usando um secador de cabelo) foram cimentados ao esmalte dental. Dois sistemas adesivos (Optibond FL, Kerr e Single Bond 2, 3M ESPE) e dois cimentos (Variolink II, Ivoclar Vivadent e RelyX ARC, 3M ESPE) foram utilizados formando 8 combinações. Em 4 grupos o adesivo foi fotopolimerizado por 10s tanto no dente quanto na cerâmica antes da aplicação do cimento e nos outros 4 grupos a

polimerização foi simultânea, aplicou-se o adesivo, o cimento e foram fotoativados juntos. O teste de cisalhamento foi realizado na máquina de ensaio universal (Kratos SP, BR) com célula de carga de 500kgf e velocidade 0,5mm/min. A análise de fratura foi feita por fotografias em máquina do tipo SLR digital (lente fixa 60mm, macro). O autor não estabeleceu vínculo entre o padrão de fratura e a resistência adesiva. ANOVA 3 passos revelou diferenças significantes para o fator tempo ($p < 0,05$). A combinação Single Bond 2 + Variolink II apresentou os menores valores de resistência adesiva. A fotoativação simultânea (adesivo/cimento) produziu índices de resistência superiores a fotoativação prévia.

Manso et al. (2011) realizaram a revisão de literatura sobre cimentos adesivos para cimentação de cerâmicas. Os autores salientaram que a habilidade da combinação adesivo/cimento à superfície cerâmica para conseguir adesão durável e confiável é conseguida por dois mecanismos principais: retenção mecânica por meio de porosidades originadas do condicionamento ácido e silanização. A maioria dos sistemas adesivos usados com cimentos resinosos são sistemas simplificados. Isso devido à tendência de reduzir os passos clínicos durante o procedimento adesivo. Esses adesivos simplificados são basicamente de 2 tipos, “etch and rise” frasco único e “all in one” autoadesivo. Durante a cimentação o grupo ácido da camada não polimerizada do adesivo simplificado compete com o peróxido do cimento pela amina terciária aromática retardando a polimerização do cimento. Contudo, esses adesivos incluem uma camada de resina relativamente mais hidrofóbica e não ácida como 3º ou 2º passo, o que não vai causar reação adversa com a amina básica do cimento, reduzindo a permeabilidade da camada adesiva. O cimento dual, indicado para restaurações nas quais a luz não atinge todo o cimento devido às características do material restaurador em si, permite tempo de trabalho e manuseio estendido além de fácil remoção de excesso. A espessura de cimento é um fator relevante pois a cerâmica apresenta espaços internos a serem preenchidos. Sendo assim, a linha mínima de cimento (aproximadamente 50µm) deve ser obedecida para minimizar os efeitos de sorção de água e suas consequências às propriedades do cimento e respectivas ações para as restaurações cerâmicas.

Lambade et al. (2015) avaliaram comparativamente a união adesiva dupla de agentes resinoso com cerâmica de dissilicato de lítio. Oitenta discos cerâmicos (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) foram condicionados com ácido fluorídrico a 9,6% por

60s, receberam aplicação de silano (Ultradent) 60s e cimentados a superfície de pre molares humanos com sistema adesivo e respectivo cimento: RelyX ARC e Single Bond (3M ESPE); Panavia F2.0e Panavia F2.0 ED primer II líquido A e B (Kuraray); Variolink II e Exite DSC (Ivoclar Vivadent; Duolink e One-Step (Bisco), Nexus NX3 e Optibond (Kerr). O teste de cisalhamento foi realizado em todas as amostras, com a máquina de ensaios universal (Instron EUA). Observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV) foi realizada na interface da fratura. ANOVA revelou que os resultados foram estatisticamente significativos. A comparação entre as médias de resistência ao cisalhamento de todos os grupos foi feita pelo teste de Scheffe -Comparação múltipla. O maior valor médio de resistência ao cisalhamento foi mostrado com cimento Nexus NX3, seguido pelo Panavia F2, Duolink, RelyX ARC. O menor valor médio da resistência ao cisalhamento foi mostrado pelo Variolink II, O teste do qui-quadrado foi aplicado para avaliar estatisticamente o modo de fraturas. Esta análise explicou que o RelyX ARC e Duolink correram menos risco de ser fraturado ao passo que os demais grupos estiveram em maior risco. Entre estes Variolink II foi o maior risco como seu valor resistência ao cisalhamento foi o menor entre os cimentos testados e razão de Odd's 30.33. A análise de falhas observadas em estereomicroscópio mostrou predomínio de falha adesiva cimento/cerâmica em todos os grupos, exceto para o Variolink II que exibiu falha coesiva do cimento e somente uma falha adesiva. A diferença de força adesiva pôde ser interpretada como a diferença na resistência à fratura dos cimentos, nos quais a carga foi aplicada durante o teste de resistência ao cisalhamento. Inferiu-se a partir deste estudo que a composição do agente de cimentação determinou as características adesivas para tratamento de superfície e área de superfície adesiva.

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

O presente trabalho propõe avaliar o efeito do tempo de condicionamento (ácido fluorídrico a 10%) da cerâmica a base de dissilicato de lítio. O fabricante recomenda o tempo de 20 segundos para o condicionamento dessa cerâmica. Porém, na prática clínica, muitas vezes o tratamento conjunto de várias peças protéticas pode levar a variação deste tempo de condicionamento, podendo prejudicar as propriedades mecânicas da cerâmica. Em função desta preocupação, a presente pesquisa se propõe a:

- Analisar os padrões (morfologia, composição e rugosidade) do condicionamento da superfície da cerâmica a base de dissilicato de lítio utilizando três tempos diferentes de condicionamento ácido.
- Avaliar a resistência de união ao cisalhamento da cerâmica cimentada ao esmalte bovino utilizando três tempos de condicionamento ácido e três tratamentos adesivos.
- Avaliar a resistência compressiva da cerâmica cimentada ao esmalte bovino utilizando três tempos de condicionamento ácido e dois tratamentos adesivos.

3.1 HIPÓTESES

As hipóteses nulas são:

1. Não haverá alteração nos padrões de condicionamento da superfície da cerâmica a base de dissilicato de lítio.
 2. Não haverá diferença na resistência de união entre os tempos de condicionamento ácido.
 3. Não haverá diferença na resistência de união entre os tratamentos adesivos.
-
-

4. Não haverá diferença na resistência à compressão da cerâmica entre os diferentes tempos de condicionamento ácido.
5. Não haverá diferença na resistência à compressão da cerâmica em função dos tratamentos adesivos.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A pesquisa foi dividida em 3 delineamentos experimentais. Todos utilizaram a cerâmica de dissilicato de lítio e o condicionamento com ácido fluorídrico (10%). Para dois ensaios foram utilizados dentes bovinos, tratamento adesivo e cimento resinoso para realização dos testes de resistência de união e à compressão.

O quadro 1 apresenta os materiais que foram utilizados na pesquisa.

Quadro 1 - Materiais utilizados.

NOME	MARCA comercial	COMPOSIÇÃO
Condicionador de porcelana	Dentsply, Petropolis,RJ,BR	Ácido Fluorídrico 10%, Água, Espessante e Corante
Ácido fosfórico 37%	Dentsply, Petropolis, RJ, BR	Ácido Fosfórico a 37%, espessante, corante e agua deionozada
IPS e-max Press	Ivoclar Vivadent, Schaan,Lischenstein	SiO ₂ (57 - 80%), Al ₂ O ₃ (0 - 5%), La ₂ O ₃ (0.1 - 6%), MgO (0 - 5%), ZnO (0 - 8%), K ₂ O (0 - 13%), Li ₂ O (11 - 19%), P ₂ O ₅ (0 - 11%)
Silano (S)	Ângelus, Londrina, PR, BR	X (Grupo organo-funcional)-R(Grupo metileno)-Si(Silício)(OR-Grupo hidrolisável))3n (Etanol). X-R-Si(OR)3n
RelyX Ceramic Primer Silano (R)	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	Silano prehidrolizado, álcool etílico, água, metacrilato de 3-trimetoxissililpropilo
Single Bond Adper (SB)	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	Bis GMA, HEMA, UDMA, glicerolato bisfenol A, copolimero acidopolialquenoico, dimetacrilato, água e etanol.
Single Bond Universal (SBU)	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	MDP Monomero de fosfato, resina dimetacrilato, HEMA, copolímero, acido polialquenóico, etanol, água, iniciadores, silano
Rely X ARC	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	BisGMA, TEGDMA, polímero dimetacrilato, bisfenol A,Éter, partículas de ziconia e sílica tratada com silano

Seleção e preparo dos dentes:

Foram utilizados 105 coroas de incisivos bovinos, selecionadas a partir de um lote de 250 dentes recém-extraídos. Após limpeza com cureta, escova e água corrente, as coroas foram separadas das raízes em máquina de corte e levadas à politriz (modelo PLFDV, Fortel, SP, BR) para diminuir o tamanho (1,8cm no máximo) e planificar a superfície vestibular das mesmas utilizando lixas metalográfica (Arotec, SP, BR) da maior para menor granulação (240, 320, 600). Todas as coroas foram incluídas com gesso pedra tipo IV (Durone, Dentisply, Petropolis, RJ, BR) em tubos de PVC de $\frac{3}{4}$ de polegada (Tigre S/A, BR), ficando a face vestibular exposta e paralela ao chão. Depois de incluídos, os espécimes foram levados novamente à politriz (lixas de grana fina, 600 e 1200), para nivelar a superfície deixando o esmalte polido e uniforme. Os espécimes que expuseram dentina foram descartados e substituídos. Os espécimes ficaram imersos em água deionizada e refrigerados até serem utilizados para confecção dos corpos de prova para os testes de resistência de união e à compressão.

Figura1: Coroas bovinas, Figura 2: Politriz, Figura 3: Coroa incluída e polida, Figura 4: Espécimes prontos, imersos em água destilada

Confecção dos espécimes cerâmicos:

Pelo método da cera perdida os espécimes cerâmicos, cilindros e placas, foram obtidos. Dez pastilhas da vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent), na cor LT B2, foram utilizadas. Para confecção dos cilindros (testes de resistência adesiva), utilizou-se bastões cilíndricos de cera (“sprues” protéticos – Kota, São Paulo, SP, Brasil) medindo 40mm de comprimento x 2mm de diâmetro. Para o teste de compressão e análises superficiais, placas de plástico rígido de 1mm de espessura foram utilizadas como molde para os espécimes. Os bastões e placas foram pesados em balança digital (PB303 Mettler Toledo, Suíça) para quantificar o número de pastilhas necessárias para prensagem da cerâmica. Estes foram fixados na base do anel com cera pegajosa, receberam aplicação de anti-bolhas por borrifação e, na sequência, o anel de borracha foi posicionado. Para inclusão, 100mg de pó e 16ml:11ml de líquido do revestimento próprio (IPS Press Vest Speed, Ivoclar Vivadent, Schaan, Lischenstein) foi manipulado em máquina a vácuo e o anel de revestimento preenchido. Depois de 25 min, tempo de presa do revestimento, removeu-se o anel e as bases. Este refratário foi inserido no interior de um forno convencional pré-aquecido a 850°C, para eliminar a cera ou o plástico durante 45 min. Dessa forma, criou-se um espaço para o seu preenchimento subsequente com a injeção da vitrocerâmica.

Ainda neste forno, a pastilha de cerâmica reforçada pelo dissilicato de lítio foi posicionada na abertura do refratário (canal de alimentação), juntamente com o cursor de alumina. Este conjunto (refratário, cerâmica e cursor em alumina) foi inserido no interior do forno próprio (EP 600, Ivoclar Vivadent, Schaan, Lischenstein) o qual injeta a cerâmica por meio de fluxo viscoso. A temperatura inicial é de 700°C, com taxa de aquecimento de 60°C/min, com temperatura final para a injeção da cerâmica de 920°C, mantendo tempo de injeção por 20 min à pressão de 5 bar (Ivoclar Vivadent <http://www.ivoclarvivadent.com>). Após o resfriamento do anel em temperatura ambiente, os corpos de prova cerâmicos foram cuidadosamente desincluídos, utilizando discos de carborundum para o corte e remoção do revestimento, jateamento com óxido de alumínio (100µm, pressão de 2 bar) para remoção do revestimento aderido e 15 min em solução de ácido fluorídrico 1% (IPS e.max Press Invex Liquid, Ivoclar Vivadent, Schaan, Lischenstein) em ultrassom para finalizar a eliminação do revestimento.

Figura 5: Balança, Figura 6: Bastões de cera, Figura 7: Placas de plástico rígido, Figura 8: Pastilha e.max

Figura 9: Forno EP 600, Figura 10: Anel incluído, Figura 11: Anel injetado

Figura 12: Bastões desincluídos, Figura 13: Aparelho de jato de óxido de alumínio, Figura 14: Ultrasom, Figura 15: Bastões limpos

4.1 Delineamento experimental 1

AVALIAÇÃO DA SUPERFÍCIE DA CERÂMICA A BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO

Trinta e seis lâminas cerâmicas retangulares (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent, Schaan, Lischenstein) foram obtidas pelo método da cera perdida, injetadas em forno próprio (EP 600, Ivoclar Vivadent), com 1mm de espessura x 10mm de largura x 20mm de comprimento. As lâminas foram cortadas na máquina de corte Isomet (1000 – Precision Saw, modelo 1122180, BUEHLER- Lake Bluff, IL, EUA) e recortadas com disco diamantado (Superflex, Edenta, AU, Suíça) em quadrados 10x10mm e divididas em 4 grupos, sendo 9 placas cerâmicas para cada grupo avaliado, subdivididos em três corpos de prova para cada tipo de avaliação superficial (n=3), como apresenta o quadro 2. Os espécimes foram lavados em ultrassom por 5 minutos e estocadas em estojo plástico até os respectivos tratamentos.

Quadro 2 – Delineamento experimental dos grupos submetidos à análise superficial

Grupo/ Análise	E0 (0s)	E10 (10s)	E20 (20s)	E60 (60s)
MEV	3	3	3	3
EDS	3	3	3	3
RUG	3	3	3	3

O condicionamento com ácido fluorídrico a 10% foi realizado nos tempos de 10s, 20s e 60s. Três corpos de prova de cada grupo tratado, além do controle (sem tratamento), foram escolhidos aleatoriamente e levados aos equipamentos de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de RX (EDS) e perfilometria (RUG). Estes equipamentos permitiram analisar a morfologia, a composição e a rugosidade das superfícies, respectivamente, após cada período de tratamento com ácido fluorídrico.

Microscopia eletrônica da varredura (MEV)

Para análise morfológica da superfície, após os respectivos condicionamentos, 3 corpos de prova (1 de cada grupo) devidamente identificados, foram colocados em bases de alumínio e metalizadas, cobertos com camada fina de ouro-paládio, em aparelho específico Balzers-SCD 050 (Balzers Union Aktiengesellschaft Furstentun, Liechtentein) por 180s com 40mA. Os espécimes foram levados ao MEV (JEOL, JSM-6510LV, Tóquio, Japão), com aumento de 2000x, operando no elétron secundário, em 15KV pelo mesmo operador. As imagens foram registradas e salvas em preto e branco para posterior análise comparativa dos diferentes tratamentos.

Espectroscopia de energia dispersiva de RX (EDS)

A partir da composição elementar da vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio, principalmente oxigênio e silício, três corpos de prova, um de cada grupo, foram levados ao espectroscópio de energia dispersiva de Rx para quantificar os elementos presentes. O equipamento aplica um procedimento chamado ZAF, em que as correções para o número atômico (Z), absorção (A) e fluorescência (F) dos efeitos são calculados a partir de modelos físicos. Assim, o software calcula automaticamente a porcentagem em peso de cada elemento detectado (Goldstein, 2003; Scott e Love, 1994). O aparelho de EDS utilizado foio Personal SEM© (PSEM) ExpressTM(Aspex Corporation,EUA).

Perfilometria - RUG

A medição da rugosidade superficial dos corposdeprova de cerâmica foi feita com o aparelho para medição de perfis e rugosidade superficial FORM TALYSURF Series 2TM (Taylor Hobson Precision, Leicester, UK).Foram realizadas análises qualitativas da geometria tridimensional e medições da rugosidade da superfície (μm) de todos os grupos, por amostra representativa. Imagens 3D e os parâmetros de rugosidade média da superfície (S_a) e máxima profundidade de vale (S_v) foram obtidos.

A calibragem prévia do aparelho foi feita sobre uma superfície metálica própria, anteriormente à leitura dos corpos de prova. Esse equipamento é composto de plataforma metálica na qual se apoia o corpo de prova e possui travessão horizontal regulável, acoplado a uma haste vertical, que permite a aproximação da ponta medidora de rugosidade da superfície do corpo de prova. A ponta medidora confeccionada em diamante, com secção transversal de 0,002mm de raio (ponta medidora nº 112/2564-2003), se desloca à velocidade de 0,5mm/s, cuja manipulação é feita pelo software específico para leitura de rugosidade (ULTRA VERSION 4.3.14™-Leicester, UK). Para a realização das medidas, o ajuste da ponta medidora foi realizado por meio de um dispositivo automático informatizado que permitia, por meio de sensibilidade, o adequado contato da ponta com a superfície do corpo de prova. Essa ponta percorre uma distância de 4 mm (variável X), escala em micrômetros (μm) e ajuste em área de superfície dos corpos de prova – S_a (variável Z). Cada corpo de prova foi submetido a um total de quatro medidas, duas medidas no sentido transversal e duas no sentido longitudinal. O deslocamento lateral entre as varreduras (variável Y) foi estabelecido em 1 mm. As variáveis X, Y e Z foram analisadas em gráfico de intersecção denominado LS, que emitiu o valor real da unidade de medida selecionada (S_a). Cada leitura demorou em média 110 min e foram analisadas representativamente as superfícies de uma amostra de cada grupo, escolhida aleatoriamente, e os resultados de cada aferição estão nos anexos.

4.2 Delineamento experimental 2

RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO CISALHAMENTO DA CERÂMICA A BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO

Este trabalho *in vitro* utilizou um delineamento experimental envolvendo 2 fatores (condicionamento ácido e tratamento adesivo) em 6 níveis (três tempos de condicionamento e três tratamentos adesivos) com variável de resposta quanto à resistência de união da cimentação de cilindros cerâmicos no esmalte da face vestibular de incisivos bovinos por meio do teste de cisalhamento.

Preparo dos corpos de prova:

Foram utilizadas 45 coroas de incisivos bovinos, incluídas com gesso pedra em tubos de PVC como já descrito anteriormente, divididas em 9 grupos com 5 dentes cada.

Os cilindros de cerâmica IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent, Schaan, Lischenstein) foram obtidos a partir da injeção das pastilhas em forno próprio (EP 600, Ivoclar Vivadent, Schaan, Lischenstein) pelo método da cera perdida utilizando bastões de cera cilíndricos (“sprues protéticos” – Kota, São Paulo, SP, Brasil), como já descritos. Após limpos do revestimento, foram levados a máquina de corte ISOMET (1000 – Precision Saw, modelo 1122180, BUEHLER, Lake Bluff, IL, EUA) e cortados em cilindros menores medindo 2mm de diâmetro x 2mm de altura (conferidos com especímetro). Um total de 180 cilindros ficou armazenado em um pote com tampa até sua utilização.

Figura 16: Isomet cortando os bastões, Figura 17: Bastões cortados da base, Figura 18: Bastões cortados em cilindros, Figura 19: Cilindros prontos.

Os grupos foram divididos como mostra o quadro 3, sendo 5 dentes para cada grupo e 4 cilindros cimentados em cada dente (n=20).

Quadro 3 – Divisão de grupos para o teste adesivo.

GRUPOS	TEMPO de CONDICIONAMENTO (ácido fluorídrico 10%)	TRATAMENTO ADESIVO
E10S	10s	Silano Angelus + Single Bond (S)
E20S*	20s	Silano Angelus + Single Bond (S)
E60S	60s	Silano Angelus + Single Bond (S)
E10R	10s	RelyX Ceramic Primer + Single Bond (R)
E20R*	20s	RelyX Ceramic Primer + Single Bond (R)
E60R	60s	RelyX Ceramic Primer + Single Bond (R)
E10U	10s	Single Bond Universal (U)
E20U*	20s	Single Bond Universal (U)
E60U	60s	Single Bond Universal (U)

*Tempo recomendado pelo fabricante da cerâmica

Condicionamento ácido e tratamento adesivo:

As bases de todos os cilindros foram condicionadas com ácido fluorídrico 10% (HF), como mostra o quadro 3 acima. E10S, E10R e E10U receberam HF por 10s. Para E20S, E20R e E20U o tempo de aplicação de HF foi de 20s (tempo recomendado pelo fabricante da cerâmica) e os grupos E60S, E60R e E60U foram condicionados por 60s. Após os respectivos tempos de condicionamento, os espécimes foram lavados com água abundante (seringa tríplice) por 60s e secos com jatos de ar por 30s. Para os grupos S, foi aplicado o agente silano Ângelus (S) com aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR) em duas camadas: primeira camada aplicada, espera de 10s, aplica-se a segunda camada, espera de 60s, segue com a aplicação do adesivo Single Bond (SB) com aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR) em uma fina e uniforme camada, foi realizado suave jato de ar (seringa tríplice) para evaporação do solvente e a remoção de excesso foi feita com papel absorvente esteril. Os grupos R receberam o RelyX Ceramic Primer Silano (R) em 2 camadas, como o grupo anterior, seguido do adesivo SB em uma camada, como já descrito. Os grupos U receberam diretamente a aplicação do adesivo Single Bond Universal (SBU) em camada única, fina e uniforme com aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), suave jato de ar (seringa tríplice) para ajudar a evaporar o solvente e papel absorvente estéril para eliminar excessos de adesivo. Os adesivos não foram fotopolimerizados previamente nos cilindros.

As faces vestibulares dos dentes bovinos foram condicionadas com ácido fosfórico 37% por 30s, lavadas com água abundante por 30s e secas com jatos de ar (seringa tríplice) por 15s. Cada grupo recebeu os respectivos adesivos (SB ou SBU) em camada única, com microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), suave jato de ar para evaporar o solvente removendo-se o excesso com papel absorvente estéril. O adesivo foi fotopolimerizado por 10s, utilizando a unidade fotoativadora de luz halógena (OptiLight Plus, GNATUS, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com densidade de potência de 550mW/cm².

Figura 20: Condicionamento da cerâmica, Figura 21: Cilindros condicionados, Figura 22: Condicionamento do dente, Figura 23: Aplicação do adesivo no dente, Figura 24: Cilindro com silano, Figura 25: Cilindro com adesivo

Cimentação

Todos os cilindros foram cimentados com cimento resinoso dual RelyX ARC (3M ESPE, St Paul, MN, EUA), obedecendo os passos do fabricante para sua manipulação. Após a mistura das porções iguais das pastas, os cilindros receberam uma pequena quantidade desta e foram levados ao dente. Para controle da espessura da linha de cimentação, os cilindros foram posicionados na superfície do esmalte empregando-se o dispositivo especialmente desenvolvido para a máquina de ensaios EMIC, que mantinha uniforme a linha de cimento em 80µm. Em seguida,

foi realizada a fotopolimerização por 60s pelas 3 laterais dos cilindros e, após a remoção do dispositivo, a fotoativação foi complementada por mais 20s na porção superior. A unidade fotoativadora de luz halógena (OptiLight Plus, GNATUS, Ribeirão Preto, SP, BR) com densidade de potência de $550\text{mW}/\text{cm}^2$ foi utilizada. Os espécimes foram armazenados em água destilada e estufa a $37\pm 1^\circ\text{C}$ por 24h.

Figura 26: Aplicação do cimento nos cilindros, Figura 27: Cimentação, Figuras 28-31: Posições de polimerização.

Para padronizar a espessura da linha de cimentação e cimentar mais de um espécime de uma vez, foi desenvolvido no Centro de Integrado de Pesquisas (CIP) da FOB-USP, um dispositivo específico para encaixe na Máquina de Teste Universal EMIC (DL500, São Jose dos Pinhais, PR, BR), o qual na outra extremidade 4 cilindros eram encaixados para serem cimentados. Desta forma, foi conseguido manter constante a linha de cimento sem precisar exercer qualquer pressão, pois o dispositivo se mantinha fixo em posição previamente calibrada no equipamento. Para se estipular a espessura da linha de cimentação, primeiramente o espécime era posicionado na base da EMIC e o dispositivo específico ficou preso na célula de carga que, ao ser acionada pelos comandos do painel de controle, descia lentamente até atingir a superfície de esmalte do dente. Uma vez em contato com o esmalte, o cursor da máquina era zerado para, então, recuar o braço 0,8mm, espaço a ser preenchido pelo cimento, zerando novamente o cursor. Essa posição foi salva e para todos os espécimes depois de posicionados, acionava-se “ENSAIO” e a

cimentação era realizada. Para garantir a precisão da linha de cimentação, um espécime do teste piloto do experimento foi lixado na poltriz até expor a linha adesiva e levado ao MEV, no qual foi confirmada a padronização da espessura da linha de cimentação do espécime.

32

33

34

35

Figura 32: Linha de cimentação observada em MEV (150x, 80µm), Figura 33: Dispositivo para cimentação, Figura 34: encaixes dos cilindros no dispositivo, Figura 35: Dispositivo encaixado na EMIC.

Teste de cisalhamento:

Após a cimentação dos cilindros, as amostras foram armazenadas em água deionizada a $37\pm1^{\circ}\text{C}$, por 24h e então levadas para o teste de cisalhamento. Os testes de resistência ao cisalhamento foram executados em Máquina de Ensaio Universal, (DL500, EMIC, São José dos Pinhais, PR, BR) com célula de carga de 500kg e velocidade de deslocamento de 0,5mm/min. A carga máxima suportada por cada amostra foi registrada no programa de computador TESC (kgf) e os valores convertidos para MPa.

As amostras foram inseridas na abertura posterior do dispositivo metálico de teste e presas com uma placa metálica parafusada. A abertura na parte da frente

deixou visíveis os cilindros a serem testados. O dispositivo foi acoplado à base da EMIC e uma abertura na parte superior permitiu a passagem do fio de aço (# 8, Morelli, Sorocaba, SP, BR) em forma de alça que desceu laçando os cilindros, um de cada vez. O fio, preso à célula de carga em uma extremidade, teve sua alça posicionada na união adesiva (dente/cilindro) de maneira a ficar rente e paralelo à superfície do dente. Foi iniciado o teste, tracionando o fio e transmitindo carga até que o cilindro se soltasse.

Figura 36: Máquina de Ensaio Universal EMIC, Figura 37: Dispositivo de teste de Cisalhamento, Figura 38: Espécime posicionado para teste.

Análise Estatística:

Utilizando o software SPSS (versão 17, SPSS Inc., Chicago, IL, USA) os resultados dos ensaios de cisalhamento foram submetidos ao modelo linear generalizado, com distribuição normal para a variável de resposta e função de ligação do tipo raiz quadrada. O Critério de Informação de Akaike (AIC) e a análise dos desvios (ANODEV) foram utilizados para selecionar o melhor modelo. A hipótese de normalidade dos desvios foi verificada a partir do Q-Q Plot e do Teste de Kolmogorov-Smirnov. A hipótese de homocedasticidade foi verificada através do gráfico de desvios versus preditor linear.

Caracterização das fraturas:

Como análise adicional, os tipos de falha foram caracterizados em função da presença de cimento no cilindro cerâmico. Sendo falha adesiva, quando não houvesse cimento no cilindro, falha mista com parte de cimento no cilindro e parte

sem cimento e falha coesiva quando toda superfície do cilindro estava coberta por cimento. Para auxiliar nessa caracterização, foi utilizado o índice remanescente de adesão – IRA, proposto por Artun e Bergland (1984), no qual a análise é baseada numa escala de escores que avalia a quantidade de cimento que permaneceu na superfície do cilindro cerâmico após o teste de cisalhamento seguindo o quadro 4. Para isso, as superfícies dos dentes e dos cilindros foram fotografadas em estereomicroscópio (Stemi 2000 C, ZEISS, Alemanha), com lente de 1,6x, aumento de 0,8x, fonte de luz CI 1500 ECO, máquina fotográfica Axio Cam MRc (ZEISS, Alemanha). Figuras 39 e 40.

39

40

Figura 39: Estereomicroscópio para análise de fratura, Figura 40: cilindros fraurados

Quadro 4 - Escore do IRA

Valor	Quantidade de cimento	Tipo de falha
0	Nada de cimento no cilindro	ADESIVA
1	Até 25% de cimento no cilindro	MISTA
2	50% de cimento no cilindro	MISTA
3	Até 75% de cimento no cilindro	MISTA
4	100% de cimento no cilindro	COESIVA

4.3 Delineamento experimental 3

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DA CERÂMICA A BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO

Os testes de resistência à compressão foram realizados em placas cerâmicas cimentadas no esmalte vestibular de dentes bovinos.

Para isso foram empregados 2 fatores (condicionamento ácido e sistema adesivo) em 5 níveis, três tempos de condicionamento e 2 tratamentos adesivos (os tratamentos adesivos que obtiveram os melhores resultados no teste de adesão).

Preparo dos corpos de prova:

Foram utilizadas 60 coroas de incisivos bovinos incluídas em tubos de PVC com gesso pedra especial tipo IV, como já descrito anteriormente (Figura 41). Estas foram divididas em 6 grupos, como mostra o quadro 5, com 10 dentes cada grupo. Placas cerâmicas retangulares (1mm de espessura x 5mm de largura x 18mm de comprimento) obtidas como descrito no início deste capítulo, foram recortadas com disco diamantado (Superflex, Edenta) em quadrados de 5x5mm e 1mm de espessura, totalizando 60 quadrados (Figura 42). Cada dente recebeu apenas 1 placa cimentada, somando-se 10 por grupo (n=10). Os dois tratamentos adesivos que apresentaram melhores resultados de resistência à união nos ensaios de cisalhamento foram empregados na cimentação das placas cerâmicas e na hibridização do esmalte previamente à cimentação das mesmas.

Figura 41: Dente incluído e polido, Figura 42: placas cerâmicas.

Quadro 5 – Delineamento experimental dos grupos submetidos ao teste de compressão.

Grupo	Tempo Condicionamento	Tratamento adesivo
10R	10s	RelyX Ceramic Primer + Single Bond (R)
20R*	20s	RelyX Ceramic Primer + Single Bond (R)
60R	60s	RelyX Ceramic Primer + Single Bond (R)
10U	10s	Single Bond Universal (U)
20U*	20s	Single Bond Universal (U)
60U	60s	Single Bond Universal (U)

*Tempo recomendado pelo fabricante da cerâmica

Condicionamento ácido e tratamento adesivo:

Todas as placas receberam condicionamento com ácido fluorídrico a 10% em toda superfície das placas cerâmicas, variando o tempo de exposição de acordo com o grupo: 10R e 10U (10s), 20R e 20U (20s) tempo recomendado pelo fabricante, e 60R e 60U (60s) (Figura 43). Após os respectivos tempos de condicionamento, o ácido foi lavado com água abundante (seringa tríplice) por 60s e a lâmina cerâmica seca com jatos de ar por 30s. Para os grupos R o silano (Rely X Ceramic Primer) (Figura 44a) foi aplicado em 2 camadas, com aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), aplicou-se a primeira camada, aguardou 10s, aplicou-se a segunda camada aguardou 60s, então aplicou-se o sistema adesivo Single Bond (SB) (Figura 44b), com aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), foi aplicado suave jato de ar (seringa tríplice) para evaporação do solvente e o excesso de adesivo foi removido com papel absorvente estéril. Os grupos U receberam apenas o adesivo Single Bond Universal (SBU) (Figura 44c) em camada única, aplicado com o aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), aplicando também suave jato de ar para evaporação de solvente e papel absorvente estéril para remoção de excessos.

Os dentes foram condicionados com ácido fosfórico 37% por 30s, lavados com água abundante por 30s e secos com jatos de ar (seringa tríplice). Em seguida, o esmalte foi hibridizado com o respectivo sistema adesivo (SB ou SBU), sendo aplicado com aplicador descartável microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), em camada única, aplicando suave jato de ar para evaporação de solvente e removendo-se o excesso com papel absorvente estéril. A fotopolimerização por 10s

foi realizada empregando o fotoativador de luz halógena (OptiLight Plus - GNATUS) com densidade de potência de $550\text{mW}/\text{cm}^2$.

Figura 43: Condicionamento ácido da placa cerâmica, Figura 44(a,b,c): Sistemas Adesivos utilizados no teste de compressão.

Cimentação:

Todas as placas foram cimentadas na máquina de ensaios Universal EMIC, com cimento resinoso dual RelyX ARC (3M ESPE) obedecendo os passos do fabricante para sua manipulação. Após a mistura das porções iguais das pastas, as placas receberam uma pequena quantidade desta e foram levadas aos dentes sendo posicionadas nas superfícies dos mesmos e pressionadas com o mesmo dispositivo de cimentação confeccionado para o teste de cisalhamento, mantendo uniforme a linha de cimento ($80\mu\text{m}$). Em seguida, foi realizada a fotopolimerização com o mesmo aparelho fotoativador, por 60s em três direções, (20s por trás e 20s em cada diagonal frontal) e após a remoção do dispositivo, nova polimerização de 20s foi realizada na face superior (Figuras 45 e 46). Após a cimentação, os espécimes ficaram imersos em água deionizada em estufa a $37\pm 1^\circ\text{C}$ por 24h.

Figura 45: Placa posicionada para cimentação, Figura 46: Dispositivo de cimentação posicionado e fotopolimerização.

Teste de compressão:

Após 24hs da cimentação das placas o teste de compressão foi realizado empregando-se um dispositivo em forma de lápis, com ponta arredondada de 1,5mm, posicionada no centro da placa previamente demarcada (Figura 47 e 48).

Os testes foram realizados na máquina de teste universal KRATOS (K 2000 MP; Cotia, SP, Brasil), com velocidade de 0,5mm/mine célula de carga de 50kgf, imprimindo força compressiva. O ensaio foi interrompido quando a primeira descontinuidade dos gráficos apareceu, indicando uma trinca precoce ou mesmo uma fratura (Prakki et al 2007). A força de compressão necessária para causar dano nas placas cerâmicas foi registrada em Newtons (N).

Figura 47: Dispositivo em forma de lápis acoplado a célula de carga (50kgf), Figura 48: Ponta arredondada do dispositivo posicionada no centro da placa cerâmica.

Análise Estatística:

Utilizando o software SPSS (versão 17, SPSS Inc., Chicago, IL, USA), ajustou-se aos resultados dos ensaios de compressão um Modelo Linear Geral. O Critério de Informação de Akaike (AIC) foi utilizado na seleção do modelo que melhor se ajustava aos dados. A hipótese de normalidade dos desvios foi verificada a partir do Q-Q Plot e do Teste de Kolmogorov-Smirnov. A hipótese de homocedasticidade foi verificada através do gráfico de desvios versus preditor linear.

5 RESULTADOS

5 RESULTADOS

Para análise superficial da cerâmica condicionada as imagens de MEV (Imagem1) representam morfologicamente o comportamento antes e após os tratamentos. No grupo 0 (controle) sem condicionamento ácido (Imagem 1A), a superfície está plana e uniforme com linhas de abrasionamento. Com 10s de condicionamento (Imagem 1B), a matriz vítrea começa a ser removida e os cristais de sílica se expõem. Aumentando o tempo de aplicação para 20s (Imagem 1C), os espaços entre esses cristais aumentam e se aprofundam. Ao chegar em 60s de condicionamento (Imagem1D), percebe-se uma grande erosão dos cristais, aumentando os vazios e aprofundando os canais das microrretenções.

(1A) 0s

(1B) 10s

(1C) 20s

(1D) 60s

Imagem1: Avaliação em MEV das superfícies cerâmicas: superfície não condicionada (1A), condicionada por 10s(1B), 20s(1C) e 60s(1D) com ácido fluorídrico a 10%.

A composição elementar (A%) da cerâmica a base de dissilicato de lítio (O e Si) sofreu alterações quantitativas após o condicionamento ácido (HF10%). Foi observado o aumento considerável na quantidade de silício (Si) de 24% (0s) para 67,54% (60s), e a diminuição do oxigênio (O). Sendo que a quantidade de Si aumentou até 20s de condicionamento e se manteve para 60s. A tabela 1 mostra os valores obtidos na análise de EDS.

Tabela 1: Porcentagem (%)elementar em cada grupo

Elementos	E0	E10	E20	E60
Oxigênio	57,37	38,80	32,50	32,47
Silício	24,73	61,10	67,50	67,54

A análise de rugosidade mostrou diferenças significantes nos valores médios dos dois parâmetros avaliados (S_a e S_v). Quando o tempo de condicionamento foi aumentado, observou-se sua influência significativa no aumento da rugosidade ($0s < 10s < 20s < 60s$). As alterações na rugosidade superficial dos espécimes estão apresentadas na tabela 2.

Tabela 2: Parâmetros S_a e S_v em valores amostrais (μm).

Parâmetro	E0	E10	E20	E60
$S_a(\mu m)$	6,25	10,6	12,0	18,0
$S_v(\mu m)$	20,3	25,0	32,7	62,5

S_a rugosidade media de superfície, S_v maior profundidade de vale.

A perfilometria 3D (Imagem2) reconstruiu as imagens da superfície condicionada. Pode-se notar que a rugosidade aumenta na medida em que o tempo de condicionamento ácido aumenta, tornando a discrepância entre picos e vales maior e mais desorganizada.

(2A)0s

(2B)10s

(2C)20s

(2D)60s

Imagem2: Imagens 3D das superfícies cerâmicas: sem condicionamento (2A), condicionada por 10s (2B), 20s (2C) e 60s(2D).

TESTE DE CISALHAMENTO

Quanto ao teste de resistência adesiva ao cisalhamento, a Imagem3 apresenta os *boxplots* da força de resistência de união ao cisalhamento para os efeitos de tempo e material, respectivamente. Os gráficos são sugestivos de que não existe homogeneidade de variâncias entre os grupos. O *boxplot* apresentado na Imagem 3a sugere que os maiores valores para a força de cisalhamento foram observados para o tempo 60s. O gráfico da Imagem 3b é sugestivo de que o sistema silano+adesivo/cimento de marcas diferentes apresentou os menores valores para a força de cisalhamento.

Imagem3: 3a) *Boxplot* para o tempo de condicionamento; 3b) *Boxplot* para o sistema adesivo(material).

Os dados foram ajustados a um modelo linear generalizado assumindo distribuição normal de resposta e de quadrado função de ligação de raiz. AIC (Critérios de Informação de Akaike) e Análise Deviance (ANODEV) foram utilizadas na seleção de variáveis. O melhor modelo incluiu interceptação, tempo de condicionamento e material. A suposição de homocedasticidade do desvio foi aceita e a normalidade não foi rejeitada pelo teste de Kolmogorov-Smirnov ($p = 0,20$). Para o tempo de condicionamento de 10s, os menores valores foram encontrados para o grupo S (Silano+SB), que também apresentou as menores forças de cisalhamento em todo o experimento. Observou-se também que o grupo R (RelyX Ceramic Primer Silano+SB) e o grupo U (SBUniversal) apresentaram força média bem próximas para esse tempo. Para o tempo de condicionamento de 20s, o grupo R foi o que apresentou os maiores valores médios quando comparado aos demais tratamentos. Para o tempo de condicionamento de 60s, pode-se observar que os maiores valores foram obtidos pelo grupo U. A maior variância e maior desvio padrão, entre os três tratamentos, foram observados no grupo R. A Tabela 3 mostra os valores médios e o intervalo de confiança Wald de 95% do teste de resistência ao cisalhamento. A análise estatística para tempo de condicionamento está representada por letras maiúsculas e para material adesivo, letras minúsculas.

Tabela 3: Médias marginais estimadas e Intervalo da confiança Wald de 95% para o teste de resistência de união (MPa):

Grupo	Tempo de condicionamento	Material	Media marginal (MPa)	Intervalo de Confiança Wald 95%	Análise Estatística * TEMPO / material
E10S	10s	S	84,2	(70,1; 98,2)	A/a
E10R		R	124,4	(109,0;140,0)	A/b
E10U		U	117,2	(102,0;132,5)	A/b
E20S	20s	S	102,8	(87,4; 117,1)	B/a
E20R		R	146,2	(130,2;162,3)	B/b
E20U		U	138,4	(122,8;154,0)	B/b
E60S	60s	S	107,8	(92,0; 122,4)	B/a
E60R		R	152,1	(136,3;168,0)	B/b
E60U		U	144,1	(128,2;160,0)	B/b

*Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes para o tempo de condicionamento e as minúsculas diferentes para os materiais de cimentação

S: Silano+ Single Bond / R: Rely X ceramic primer silano + Single Bond / U: Single Bond Universal.

Comparação de pares usando o ajuste Sidak mostrou que a resistência ao cisalhamento média observada com 10 segundos de tempo de condicionamento não foi significativamente diferente da observada com 20 segundos (valor-p = 0,052). A resistência média obtida com 60s de condicionamento foi maior do que a observada com 10s de condicionamento (p-valor = 0,008). Os testes não mostraram diferença entre os tempos de 20 segundos e 60 segundos (valor-p = 0,892).

Os testes não mostraram diferenças entre os sistemas adesivos RelyX ceramic primer Silano e Single Bond Universal (valor-p = 0,753). O Silano Angelus mostrou a força de cisalhamento menor quando comparado com ao RelyX ceramic primer Silano 3M (p <0,001) e com o Single Bond Universal (p <0,001).

O Gráfico 1, abaixo, representa a média marginal do teste de resistência de união por cisalhamento.

Gráfico 1: Média marginal de resistência de união

S- Silano+ Single Bond, **R-** RelyX ceramic primer silano + Single Bond, **U-** Single Bond Universal

Tipos de fratura

As análises de falha cilindro/cimento observadas ao estereomicroscópio e graduadas pelo critério ARI, demonstraram o padrão de fratura mista para a maioria dos grupos observados individualmente. Quando se comparou os grupos por tempo de condicionamento, independente do sistema adesivo utilizado, também preveleceu a falha mista. A falha adesiva foi o menor tipo observado, ocorrendo apenas em alguns espécimes nos tempos de 10s e 20s. Já a falha coesiva de cimento, ocorreu em todos os tempos, sendo a metade das fraturas para o tempo de 60s. No Gráfico 2 estão representados os padrões de fratura por comparação quanto ao tempo de condicionamento. O quadro de classificação de fratura observada em cada uma das amostras está no Anexo 3.

Gráfico 2: Análise de falha (%) quanto ao tempo de condicionamento.

S- Silano+ Single Bond, **R-** RelyX ceramic primer silano + Single Bond, **U-** Single Bond Universal

As falhas mistas foram a maioria neste estudo, sendo para o tempo de 10s: 56,7%, para cerâmica condicionada por 20s: 61,7% e para o tempo de 60s: 50%.

TESTE DE COMPRESSÃO

O teste de compressão demonstrou que a cerâmica avaliada apresentou diminuição da resistência compressiva quando o tempo de condicionamento foi aumentado (Tabela 4), porém essa variação numérica não foi estatisticamente significativa. As imagens 4a e 4b apresentam os *boxplot* para a força de compressão para os efeitos de tempo e de material, respectivamente. O *boxplot* apresentado na imagem 4a sugere que os menores valores para a força de compressão foram observados para o tempo 60s. O *boxplot* da imagem 4b é sugestivo de que não existe diferença na força de compressão observada para os dois materiais em estudo.

Imagem4: 4a) *Boxplot* para o tempo de condicionamento; 4b) *Boxplot* para o material

Um modelo linear normal foi ajustado aos dados. Usando a informação Akaike Critérios - AIC, o melhor modelo incluiu interceptação e condicionamento tempo. A suposição de homocedasticidade do residual foi aceita e a normalidade não foi rejeitada pelo teste de Kolmogorov-Smirnov ($p = 0,20$). Comparações de pares usando o ajuste Sidak mostraram que a resistência à compressão média observada com 60 segundos de condicionamento foi significativamente menor do que a observada com 10 segundos (valor- $p = 0,043$). Os testes mostraram nenhuma diferença na resistência à compressão entre os tempos de 20 s e 60 s (valor- $p = 0,206$) e entre os tempos de 10 e 20 s (valor- $p = 0,862$).

A tabela 4 apresenta as médias marginais, o intervalo de confiança de 95%, a média amostral e o desvio padrão para a força de compressão (N) quanto ao tempo de condicionamento ácido.

Tabela 4—Médias marginais e erro padrão estimado para o tempo de condicionamento.

Grupo	Tempo de condicionamento	Media marginal	Intervalo de confiança 95%	Média $\pm$ DP(N)	Análise Estatística *
E10R	10s	902,2	(839,3; 965,1)	894,0 $\pm$ 102,0	a
E10U				910,5 $\pm$ 132,6	a
E20R	20s	870,9	(808,0; 933,8)	830,8 $\pm$ 199,0	ab
E20U				910,9 $\pm$ 139,0	ab
E60R	60s	790,0	(727,1; 852,9)	811,0 $\pm$ 115,5	b
E60U				768,9 $\pm$ 121,7	b

* Letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes

A Tabela 5 (AnexoB) apresenta os resultados dos testes usando o método de ajustamento de Sidak para comparações pareadas dos tempos de condicionamento. De acordo com os resultados observados, não existe diferença na força de compressão entre os tempos 10s e 20s, e também entre os tempos de 20s e 60s ao nível de significância $\alpha=5\%$. A força de compressão média observada para o tempo de 10s foi estatisticamente superior àquela observada para o tempo de 60s.

6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

A cerâmica dental exibe qualidade estética, dureza satisfatória e excelente biocompatibilidade (HOOSHMAND et al., 2008), sendo um material muito utilizado na odontologia. Quando reforçada com cristais de dissilicato de lítio, as vitrocerâmicas conferem melhorias significativas nas propriedades mecânicas das cerâmicas, aumentando sua durabilidade e resistência (ZOGHEIB et al., 2011).

A união cerâmica/cimento-resinoso adesivo/dente depende de alguns fatores igualmente relevantes. O tratamento da superfície de esmalte dental por meio do condicionamento com ácido fosfórico 37% já está consolidado há tempos (BUONOCORE, 1955) e garante resultados previsíveis (ROSA E PERDIGÃO, 2000). Para a superfície da cerâmica dental, vários tratamentos são propostos, como abrasão com óxido de alumínio, condicionamento com ácido fluorídrico, irradiação a laser, podendo ser utilizados sozinhos ou combinados entre si (DILBER et al., 2012; KARA et al., 2012; YAVUZ et al., 2013). Porém, o tratamento superficial pode ser influenciado pela microestrutura e composição da cerâmica (DELLA BONA 2000), por tanto, cada tipo cerâmico deve receber o tratamento adequado, capaz de promover as condições necessárias à adesão.

Como a vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio (DL) é ácido sensível, ela permite a realização do condicionamento empregando o ácido fluorídrico (HF). Esse mecanismo produz microrretenções superficiais que, combinadas com aplicação do agente silano, garantem uma boa adesão (SPOHR et al., 2003; BRUM e MAZUR, 2011). O condicionamento com HF age criando microporosidades na superfície cerâmica devido ao seu efeito corrosivo na matriz vítrea e exposição das estruturas cristalinas (BLATZ et al., 2003). Porém, o tempo de ação e a concentração do ácido devem ser controlados, pois ao diminuir ou aumentar esses fatores as mudanças ocorridas na superfície serão alteradas e influenciarão nas propriedades adesivas das cerâmicas (PEIXOTO, 2012).

Nos estudos pesquisados na literatura pertinente, a concentração do HF variou de 4,5% a 10% e o tempo de 0 a 180s (DELLA BONA, 2000; LUO et al., 2001; SPOHR et al., 2003; BORGES et al., 2003; DELLA BONA et al., 2004;

GUAZZATTO et al., 2004; PIWOWARCZYK et al., 2004; MEYER et al., 2005; KUMBULOGLU et al., 2005; NAGAI et al., 2005; AKGUNGOR et al., 2005; PISANI-PROENÇA et al., 2006; PORTO, 2006; PRAKKI et al., 2007; HOOSHMAND et al., 2008; PANAHA et al., 2008; TORRES et al., 2009; CEKIC-NAGAS et al., 2010; BRUM e MAZUR, 2011; SÁ, 2011; ZOGHEIB et al., 2011; ISGRO et al., 2011; DILBER et al., 2012; FRADEANI et al., 2012; KARA et al., 2012; PEIXOTO, 2012; YAVUZ et al., 2013; KURSOGLU et al., 2013; GUARDA et al., 2013; COLARES et al., 2013; DA CUNHA et al., 2013; XIAOPING et al., 2014; MENEES et al., 2014; ABOUSHELIB et al., 2014; FONZAR et al., 2014; LAMBADE et al., 2015). O fabricante da vitrocerâmica de DL, avaliada nessa pesquisa, recomenda em acordo com suas normas internacionais, o condicionamento da mesma com HF a 5% por 20s. Embora no Brasil seja obedecido o tempo de 20s, o HF é mais frequentemente encontrado na concentração de 10%. Isso pode levar ao pensamento de que a utilização desse ácido com o dobro de concentração recomendada pelo fabricante pudesse determinar a diminuição pela metade do tempo do condicionamento ácido. Porém, o presente estudo comprovou que a diminuição do tempo de condicionamento ácido (HF a 10%) para 10s determinou os menores valores de resistência adesiva (Tabela 3), contra-indicando a diminuição do tempo de condicionamento, pois poderia levar ao insucesso na clínica diária. O condicionamento com HF a 10% por 20s, como realizado no Brasil, determinou a obtenção de adequada resistência de adesão, devendo ser mantido. Contudo, quando existem várias peças cerâmicas para serem tratadas e cimentadas simultaneamente, o tempo de condicionamento ácido pode ser extrapolado. O presente trabalho não constatou diminuição significativa da resistência adesiva, independente dos materiais de cimentação, quando o tempo de 60s para o condicionamento foi avaliado.

As imagens das alterações superficiais da cerâmica DL antes e após o condicionamento com HF a 10% foram obtidas em MEV (Imagem1A-D), estão de acordo com outros estudos (DELLA BONA et al., 2000; LUO et al., 2001; BORGES et al., 2003; BRUM e MAZUR, 2011; GUARDA et al., 2013), que mostraram o mesmo padrão de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio, dispostos na superfície rasa e irregular, de forma alongada. Ainda em concordância com outros estudos (LUO et al., 2001; ZOGHEIB et al., 2011; FONZAR

et al., 2014), constatou-se a relação positiva entre rugosidade e tempo de condicionamento com o HF. Tanto a rugosidade média como a maior profundidade de vales aumentaram com o aumento do tempo de exposição da superfície ao ácido, rejeitando a primeira hipótese nula.

No intuito de verificar alterações quantitativas dos elementos presentes na superfície cerâmica, talvez um dos motivos da perda de resistência flexural, que pela remoção excessiva de componentes com o sobre-condicionamento da superfície possa prejudicar a cerâmica, foi realizada no presente estudo a análise da superfície em EDS antes e após os tratamentos. Foi observada alteração considerável na quantidade de Silício do tempo inicial (E0) para o tempo de 20s de condicionamento, e a manutenção dessa quantia até o tempo de 60s de condicionamento. Tais resultados sugerem terem ocorrido poucas diferenças estruturais da vitrocerâmica quando condicionada por esses tempos, podendo justificar a não observação de diferenças estatisticamente significativas nos testes de compressão.

O uso do silano pode ser estabelecido como fator coadjuvante essencial para adesão, promovendo a ligação química entre resina e cerâmica (BLATZ et al., 2003; DELLA BONA et al., 2004; MEYER et al., 2005). Contudo, talvez seja interessante a utilização de silano da mesma marca do sistema adesivo. Embora o estudo de Makishi et al. 2016 tenha concluído que frascos separados de silano e adesivo apresentaram valores de força de adesão mais elevados e união mais duradoura para cerâmica à base de dissilicato de lítio, os resultados encontrados nesta pesquisa não mostraram diferença para frasco separado ou único. Porém, quando foi empregado um silano de marca comercial diferente ao do sistema adesivo e cimento empregados, os valores adesivos foram menores. Os bons resultados de resistência de união apresentados pelo sistema adesivo simplificado (SBU) e cimento dual (RelyX ARC) utilizados no presente estudo podem ser explicados em função dos substratos avaliados, esmalte e cerâmica, não apresentarem umidade e, conseqüentemente, não terem interferido na integração dos dois materiais juntos aos substratos (MANSO et al., 2011).

Quanto à linha de cimentação, segundo o trabalho de Prakki et al. 2007, para o teste de compressão utilizando placas cerâmicas de 1mm de espessura, foi observado que a maior espessura do cimento gerou maior resistência à fratura, embora quando foram empregadas placas cerâmicas de 2mm a espessura da linha

de cimentação não influenciou a resistência compressiva. Para que não ocorressem variações na espessura da linha de cimentação no presente trabalho, foi desenvolvido um dispositivo para a padronização da linha de cimentação. Muitos testes de resistência utilizam pressão digital para pressionar e manter os espécimes durante a cimentação, contudo, isso pode ser um viés para o estudo. Dificilmente se consegue manter constante a pressão exercida pelas pontas dos dedos. Diante disso, foi desenvolvido um dispositivo específico para manter constante a linha de cimento que se encaixa na EMIC e serviu tanto para a cimentação dos cilindros (2mm) como para a cimentação das placas (1mm), conseguindo que a espessura do cimento fosse determinada por medida fixa (80 μ m) na máquina de ensaio, independente de pressão manual.

O teste de resistência de união por cisalhamento mostrou maiores médias para os corpos de prova condicionados por 60s, o que era esperado, pois apresentaram superfície mais rugosa. Contudo, esses valores não se diferiram estatisticamente do condicionamento por 20s, tempo recomendado pelo fabricante da cerâmica. Esses resultados sugerem que aumentar o tempo de aplicação do ácido de 20 para 60s não seja necessário. Os valores de resistência adesiva para o tempo de 10s foram inferiores para todos os tratamentos adesivos investigados na presente pesquisa. Diferenças relevantes foram observadas nos grupos tratados com silano de marca diferente do sistema adesivo, os grupos S (Silano+ Single Bond), que apresentaram as menores médias de resistência para todos os tempos de condicionamento empregados. Os grupos R apresentaram as maiores variações na resistência ao cisalhamento com alto desvio padrão, o que significa que as medidas estão menos concentradas em torno da média.

A segunda hipótese nula foi rejeitada, pois, houve diferença na resistência de união quando se aumentou o tempo e condicionamento com HF. As comparações pareadas para os diferentes tempos de condicionamento e de material foram realizadas a partir do Teste de Bonferroni. Os resultados para diferenças entre tempos de condicionamento, que são apresentados no Anexo 1-A, indicam que a resistência média ao cisalhamento obtida para os tempos 20s e 60s foi maior que a obtida para o tempo de 10s. Estes também indicam não ter existido diferença significativa entre os tempos de condicionamento de 20s e 60s. Também rejeitou-se a terceira hipótese nula, pois se acreditava não haver diferença entre os sistemas

adesivos utilizados, e ao realizar o teste de Bonferroni, para efeito do adesivo (Anexo 1-B), a resistência média ao cisalhamento obtida pelo grupo S mostrou-se estatisticamente inferior às dos outros dois materiais. Embora os resultados também indicassem não ter existido diferença significativa entre os grupos R e U.

Segundo Peixoto (2012), à medida que a resistência de união aumenta, diminui a quantidade de falhas adesivas, aumentando as falhas mistas. A maioria das falhas encontradas nos espécimes testados na presente pesquisa e avaliados em estereomicroscópio foram falhas mistas, como encontrada e vários estudos (SPOHR et al., 2003; NAGAI et al., 2005; PEIXOTO, 2012; COLARES et al., 2013). Estes achados contrariam muitos autores que encontraram falhas adesivas em sua maioria (CEKIC-NAGAS et al., 2010; BRUM E MAZUR, 2011; YAVUZ et al., 2013; GUARDA et al., 2013; LAMBADE et al., 2015), sugerindo a efetividade adesiva do tratamento superficial realizado na cerâmica.

Quando se fala dos efeitos nocivos do condicionamento ácido excessivo, alega-se perda de resistência flexural da cerâmica (HOOSHMAND et al., 2008; ZOGHEIB et al., 2011; XIAOPING et al., 2014). Porém é importante esclarecer que antes da cimentação, uma restauração pura de cerâmica se apresenta frágil e friável e, após sua cimentação junto à estrutura dental, a cerâmica e o dente formam um conjunto bastante resistente. Espécimes não cimentados apresentam significativamente menor resistência à fratura do que depois de cimentados (PRAKKI et al., 2007). Sobre a preocupação quanto à perda de resistência à flexão da cerâmica condicionada e no intuito de se aproximar de uma situação clínica, foi avaliado a resistência à compressão de placas cerâmicas cimentadas na superfície do esmalte. Avaliando se o tempo de condicionamento de 60s é excessivo, podendo causar prejuízo estrutural para DL como perda de resistência, o presente teste compressivo mostrou não haver diferença estatisticamente significativa entre os tempos de 20s e 60s. Assim também como não houve diferença estatística entre 10s e 20s. Contudo, o tempo de condicionamento de 10s determinou as médias mais altas de resistência à compressão enquanto o maior tempo de condicionamento (60s) apresentou as médias mais baixas. Porém, o desvio padrão para esses grupos foi alto, não permitindo comprovar a diminuição efetiva de resistência. Diante dos resultados dos testes compressivos, rejeitou-se a hipótese quarta, pois ainda que pouco significativa (10s=20s / 20s=60s), houve diferença entre os tempos de

condicionamento (10s > 60s). E aceitou-se a hipótese quinta, não havendo diferença na resistência de compressão entre os materiais utilizados.

Com base nos achados do presente estudo, inferiu-se que o pouco tempo de condicionamento (10s) pode ser insuficiente para adequada adesão. Condicionar a superfície da vitrocerâmica de dissilicato de lítio por 20s, como recomendado pelo fabricante, foi comprovadamente eficiente. E os testes mostraram também, que condicionar por 60s pode promover resistência adesiva sem prejuízo para resistência compressiva. Isso tranquiliza o clínico no momento da cimentação de várias peças cerâmicas, pois se o tempo de condicionamento passar de 20s, até 60s a adesão e a resistência não serão prejudicadas significativamente.

7 CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

O aumento do tempo de condicionamento altera a superfície da vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio, tornando-a mais rugosa, além de causar alterações quantitativas na sua composição elementar com diminuição do oxigênio e aumento do sílcio.

O condicionamento ácido por 10s mostrou-se menos eficiente para resistência de união, independente do sistema adesivo utilizado. Os tempos de condicionamento de 20s e 60s apresentaram resultados semelhantes de resistência de união.

Em relação aos tratamentos adesivos (Silano+Single Bond {S}; RelyX Ceramic Primer Silano+Single Bond {R} e Single Bond Universal {U}), o tratamento S foi inferior aos tratamentos R e U, que apresentaram resultados similares de resistência de união por cisalhamento.

Quanto ao teste de resistência à compressão, não houve diferença entre os materiais utilizados (RelyX Ceramic Primer Silano+Single Bond {R} e Single Bond Universal {U}).

Já para os tempos de condicionamento, não se pode afirmar que 60s tenha sido prejudicial para resistência compressiva, pois embora tenha apresentado as menores médias, diferindo de 10s (maiores médias), o desvio padrão de ambos foi alto. E o tempo de 10s não diferiu significativamente do tempo de 20s, que por sua vez foi similar ao tempo de 60s.

Por tanto, o tempo de condicionamento de 10s pode ser insuficiente para boa adesão, 20s é ideal, e caso esse tempo seja extrapolado até 60s, não haverá prejuízo adesivo.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

Aboushelib MN, SleemD. Microtensile Bond Strength of Lithium Disilicate Ceramics to Resin Adhesives. *J Adhes Dent*.2014; 16: 547–552.DOI: 10.3290/j.jad.a33249

Akgungor G, Akkayan B, Gaucher H. Influence of ceramic thickness and polymerization mode of a luting agent on early bond strength and durability with a lithium disilicate-based ceramic system. *J Prosthet Dent*. 2005;94:234-41.

Benetti AR, Miranda CB, Amore R, Pagani C. Facetas indiretas em porcelana, alternativa estética. *J Bras Dent Estet*.2003; 2(3):186-94.

BlatzMB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89:268-74.

Borges GA, Spohr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2003; 89(5):479-88.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955; 34: 849-53

Brum R, Mazur R The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Oper Dent*.2011; 36:478-85.

Calamia JR, Simonsen RJ. Effect of coupling agents on bond strength of etched porcelain. [abstract 79]. *J Dent Res*. 1984; 63:179.

Cekic-Nagas I, Canay S, Sahin E. Bonding of Resin Core Materials to Lithium Disilicate Ceramics: The Effect of Resin Cement Film Thickness. *The International Journal of Prosthodontics*. 2010; 23(5): 469-71.

Colares R.C., Neri J.R., Souza A.M., Pontes K.M., Mendonça J.S., Santiago S.L. Effect of surface pretreatments on the microtensile bond strength of lithium-disilicate ceramic repaired with composite resin. *Braz Dent J*. 2013; 24(4): 349-52. DOI: 10.1590/0103-6440201301960. PubMed PMID: 24173254.

da Cunha LF, Reis R, Santana L, Romanini JC, Carvalho RM, Furuse AY. Ceramic veneers with minimum preparation. *Eur J Dent*.2013;7:492-6. DOI: 10.4103/1305-7456.120645

Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent*.2000;2:305-13.

Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dental Materials* 2004; 20(4): 338-44.

a Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: I - the relationship of microstructure, composition, properties and fractography. *J Appl Oral Sci*. 2005; 13(1): 1-9.

b Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci*. 2005; 13(2): 101-9.

Dilber E, Yavuz T, Kara HB, Ozturk AN. Comparison of the Effects of Surface Treatments on Roughness of Two Ceramic Systems. *Photomedicine and Laser Surgery*.2012;30(6):308-14.

Forzan RF, Tricarico M, Sedda M, Carrabba M, Vichi A, Ferrari M. Roughness of lithium-silicate and lithium-disilicate ceramics after HF etching. *Dental Materials*. 2014; 30 suppl 1:e 31.

Fradeani M, Barducci G. Lithium Disilicate Glass-Ceramic Restorations: Indications and Guidelines. *Quintessence Dental Technology*. 2000; *Esthetic Dentistry*:51-60.

Fradeani M, Redemagni M, Corrado M. Porcelain laminate veneers 6 to 12 year Clinical evaluation. A retrospective study.*Int J Periodontic Restorative Dentistry*. 2005; 25(1):9-17.

Friedman MJ. Porcelain veneer restorations: A clinician's opinion about a disturbing trend. *J Esthet Restor Dent*. 2001;13:318–327.

GuardaGB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho L.Effects of Surface Treatments, Thermocycling, and Cyclic Loading on the Bond Strength of a Resin Cement Bonded to a Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Operative Dentistry*. 2013, 38-2, 208-217.

Guess PC, Schulthus S, Bonfante S et al. All ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin N Am*. 2011; 55:333-52.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP et al. Strength fracture toughness and microstruture of a selection of all ceramic materials. Part I: pressable and alumina glass infiltrated ceramic. Dent Mater.2004; 20(5): 441-48.

Higashi C. Ceramicas em dentes anteriores Parte I, indicações clinicas dos sistemas cerâmicos. Int J Bras Dent. 2006; 2(1): 22-3.

Holand W, Apel E, van Hoen C et al. studies of Crystal phase formation in the early stage crystallization of lithium disilicate glass ceramc. J Non Cryst Solids 2006;352: 4041-50.

Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of Surface Acid Etching on the Biaxial Flexural Strength of Two Hot-Pressed Glass Ceramics Journal of Prosthodontics. 2008; 17:415–419.

Horn HR. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. Dent Clin North Am. 1983;27(4): 671-84.

Isgro G, Addison O, Fleming GJ. Transient and residual stresses in a pressable glass ceramic coating determined using profilometry. J of Dent. 2011;39:368-75.

Kara HB, Dilber E, Koc O, Ozturk AN, Bulbul M. Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic.Lasers in Medical Science.2012; 27(2): 267-272.

Kina S, Bruguera A e Romanini JC. Ceramicas dentárias .In:Kina S, Bruguera A. Invisível, restaurações estéticas cerâmicas. Segunda Edição, Maringá- Ed.Dental Press 2008. p. 170- 84.

Kina S, Bruguera A.Do IPS Empress II à IPS emax .In: Kina S, Bruguera A.Invisível, restaurações estéticas cerâmicas. Segunda Edição, Maringá- Ed.Dental Press 2008.p.185-90.

Kiyan VH; Saraceni CH; da Silveira BL; Aranha AC; Eduardo Cda P.The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems.Oper Dent. 2007; 32(5): 457-65.

Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Toksavul S, Vallittu PK. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. Journal of Oral Rehabilitation.2005; 32:128–133.

Kursoglu P, Motro PFK, Yurdaguvan H. Shear bond strength of resin cement to an acid etched and a laser irradiated ceramic surface. *J Adv Prosthodont*.2013;5:98-103.

Lambade DP, Gundawar SM, Radke UM.Evaluation of Adhesive Bonding of Lithium Disilicate Ceramic Material with Dual Cured Resin Luting Agents.*Journal of Clinical and Diagnostic Research*. 2015; 9(2): ZC01-ZC05.

Luo XP, Silikas N, Allaf M, Wilson NHF, Watts DC. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS-Empress 2TM dental ceramic. *Surface Science*.2001; 491: 388-94.

Makishi P, André CB, Lyra e Silva JP, Bacelar-Sá R, Correr-Sobrinho L, Giannini M. Effect of storage time on bond strength performance of multimode adhesives to indirect resin composite and lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent*. 2016; 41(5): 541-551. (doi: 10.2341/15-187-L)

Manso AP, Silva NRFA, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM.Cements and adhesives for all-ceramic restorations.*Dent Clin N Am*. 2011; 55: 311-32.

Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LD, Bonfante G, Rubo JA.Biomechanical behavior of dental ceramics: review. *Cerâmica*. 2010; 56(338):148-155.

Matinlinna JP & Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces—An insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2007; 34(8) 622-630.

Menees TS, Lawson NC, Beck PR, Burgess O. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. *J Prosthodont*. 2014;112:1164-70.

Meng XF, Zhou XL, Lou XP. Effect of hydrofluoric acid etching time on the resin bond durability of glass ceramic.*Zhonghua Kou Qiang Yi XueZaZhi*. 2010 May;45(5):307-12. (artigo em chinês)

Meyer AF, Vieira LCC, Araujo E, Monteiro Junior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* .2004; 13:28-35.

Nagai T, KAWAMOTO T, KAKEHASHI Y, MATSUMURA H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents.*Journal of Oral Rehabilitation*. 2005 32; 598–605.

Panah FG, Rezai SMM, Ahmadian L. The Influence of Ceramic Surface Treatments on the Micro-shear Bond Strength of Composite Resin to IPS Empress 2. *Journal of Prosthodontics*. 2008; 17:409–414.

Peixoto, LM. Efeito da temperature de secagem de dois tipos de silano e da supressão ou redução de tempo de condicionamento com ácido fluorídrico na resistência de união entre uma ceramic de dissilicato de lítio e um cimento resinoso. [Tese]. Rio de Janeiro (RJ): Faculdade de Odontologia - Universidade Estadual do Rio de Janeiro; 2012.

Pisani-Proença J, Erhardt MCG, Valandro LF, Gutierrez-Aceves G, Bottino MA, et al. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent*. 2006; 96(6):412-17.

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontics restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2004; 92:265-73.

Porto, TS. Estudo dos procedimentos utilizados para obtenção de microrretenções na superfície interna da porcelana: avaliação por meio de testes de rugosimetria e microscopia eletrônica de varredura. [Dissertação]. Araraquara (SP): Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”; 2006.

Prakki A., Cilli R., Costa A.U., Gonçalves S.E., Mondelli R.F.L., Pereira J.C. Effect of resin luting film thickness on fracture resistance of a ceramic cemented to dentin. *Journal of Prosthodontics*. 2007; 16:172-178.

Radz GM. Minimum thickness anterior porcelain restorations. *Dent Clin N Am*. 2011; 55:353-70.

RosaBT, Perdigão J. Bond strength of nonrising adhesives. *Quintessence Int*. 2000; 31(5): 353-8;

Sá ATG de. Resistência de união entre uma cerâmica e o esmalte de dente bovino efetuada por diferentes sistemas adesivos e técnicas de cimentação. [Tese]. Bauru(SP): Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo; 2011.

Santos GC, Santos MJMC, Rizkalla AS. Adhesive Cementation of Etchable Ceramic Esthetic Restorations. *JCDA*. 2009; 75(5):379-84.

Souza EM, Silva e Souza JRMH, Lopes FAM, Osternack FHR. Facetas estéticas indiretas em porcelana. *JBD*. 2002; 1(3): 256-62

Simonsen RJ, Calamia JR. Tensile bond strength of etched porcelain. [abstract 1154]. J Dent Res. 1983; 62:297.

Schweiger M, Holand H, Frank M, Drescher H, Rheinberger V. IPS Empress 2: A new pressable high-strength glass-ceramic for esthetic all-ceramic restorations. Quintessence Dent Technol. 1999; 22 143-151.

Sophr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhorette AC, Knowles J. Influence of Surface Conditions and Silane Agent on the Bond of Resin to IPS Empress 2 Ceramic. Int J Prosthodont. 2003;16:277–282.

Torres SMP, Borges GA, Spohr, AM, Cury AADB, Yadav S, Platt JA. The Effect of Surface Treatments on the Micro-shear Bond Strength of a Resin Luting Agent and Four All-ceramic Systems. Operative Dentistry. 2009;34(4): 399-407.

Xiaoping L, Dongfeng R, Silika N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. Dent Mater. 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.08.373>.

Yavuz T, Dilber E, Kara HB, Tuncdemir AR, Ozkturk NA. Lasers in Medical Science. 2013; 28(5):1233-1239.

Zogheib LV, Della Bona A, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. Braz Dent J. 2011;22(1):45-50. PubMed PMID: 21519648

APÊNDICES

APÊNDICE

APÊNDICE A - Medidas de rugosidade da cerâmica a base de Dissilicato de Lítio (DL):

ISSO 25178

DL0

Parâmetros	μm
Sq	7.59
Ssk	0.143
Sku	2.41
Sp	21.3
Sv	20.3
Sz	41.5
As	6.25

DL10

Parâmetros	μm
Sq	12.3
Ssk	-0.00891
Sku	1.91
Sp	23.9
Sv	32.7
Sz	56.6
As	10.6

DL20

Parâmetros	(μm)
Sq	13.7
Ssk	0.145
Sku	1.75
Sp	30.8
Sv	25.0
Sz	55.8
Sa	12.0

DL60

Parâmetros	μm
Sq	21.8
Ssk	-0.174
Sku	2.39
Sp	50.1
Sv	62.5
Sz	113
Sa	18.0

APÊNDICE B - Quadro de classificação de fraturas

ANÁLISE DE FRATURA

A – falha adesiva C – falha coesiva M – falha mista

ARI (cimento/cilindro)

0	Nada de cimento no cilindro	FALHA ADESIVA
1	Até 25% de cimento no cilindro	FALHA MISTA
2	50% de cimento no cilindro	FALHA MISTA
3	Ate 75% de cimento no cilindro	FALHA MISTA
4	100% de cimento no cilindro	FALHA COESIVA

G1 1 ARI

G1 2 ARI

G1 3 ARI

G1 4 ARI

G1 5 ARI

1	4	C	1	3	M	1	3	M	1	4	C	1	4	C
2	3	M	2	3	M	2	3	M	2	3	M	2	4	C
3	4	M	3	3	M	3	4	A	3	4	C	3	4	C
4	4	C	4	4	C	4	4	A	4	4	C	4	4	C

G2 1

G2 2

G2 3

G2 4

G2 5

1	4	C	1	3	M	1	4	C	1	4	C	1	4	C
2	4	C	2	4	C	2	2	M	2	4	C	2	2	M
3	3	M	3	4	C	3	4	C	3	2	M	3	3	M
4	3	M	4	3	M	4	4	C	4	3	M	4	4	C

G3 1 G3 2

G3 3

G3 4 G3 5

1	4	C	1	4	C	1	4	C	1	2	M	1	4	C
2	3	M	2	4	C	2	3	M	2	3	M	2	4	C
3	4	C	3	3	M	3	3	M	3	3	M	3	4	C
4	3	M	4	3	M	4	3	M	4	3	M	4	4	C

G4 1

G4 2

G4 3

G4 4

G4 5

1	4	C	1	4	C	1	3	M	1	2	M	1	2	M
2	2	M	2	3	M	2	3	M	2	3	M	2	1	M
3	1	M	3	4	C	3	3	M	3	3	M	3	2	M
4	3	M	4	4	C	4	3	M	4	3	M	4	1	M

G5 1

G5 2

G5 3

G5 4

G5 5

1	4	C	1	3	M	1	3	M	1	2	M	1	2	M
2	1	M	2	4	C	2	3	M	2	2	M	2	3	M
3	3	M	3	1	M	3	3	M	3	3	M	3	2	M
4	4	C	4	4	C	4	4	C	4	1	M	4	3	M

G6 1

G6 2

G6 3

G6 4

G6 5

1	2	M	1	3	M	1	4	C	1	3	M	1	4	C
2	3	M	2	4	C	2	3	M	2	3	M	2	4	C
3	3	M	3	4	C	3	3	M	3	2	M	3	4	C
4	2	M	4	4	C	4	2	M	4	2	M	4	4	C

G7 1

G7 2

G7 3

G7 4

G7 5

1	4	C	1	4	C	1	3	M	1	4	C	1	4	C
2	4	C	2	4	C	2	4	C	2	4	C	2	3	M
3	2	M	3	3	M	3	3	M	3	4	C	3	3	M
4	1	A	4	3	M	4	4	C	4	3	M	4	3	M

G8 1

G8 2

G8 3

G8 4

G8 5

1	4	C	1	0	A	1	4	C	1	1	A	1	3	M
2	2	M	2	2	M	2	2	M	2	2	M	2	3	M
3	3	M	3	3	M	3	4	C	3	3	M	3	2	M
4	3	M	4	4	C	4	2	M	4	3	M	4	4	C

G9 1

G9 2

G9 3

G9 4

G9 5

1	4	C	1	4	C	1	4	C	1	4	C	1	4	C
2	3	M	2	4	C	2	3	M	2	4	C	2	4	C
3	3	M	3	4	C	3	2	M	3	4	C	3	4	C
4	3	M	4	4	C	4	4	C	4	3	M	4	3	M

TIPO DE FRATURA: CIMENTO/CILINDRO

COESIVA	74	41,1%
MISTA	101	56,1%
ADESIVA	5	2,8%

G1 X G4X G7 10s

COESIVA	23	38,3%
MISTA	34	56,7%
ADESIVA	1	5%

G2 X G5X G820s

COESIVA	21	35%
MISTA	37	61,7%
ADESIVA	2	3,3%

ANEXOS

ANEXO A

Anexo A-1-Tabela Comparações pareadas para tempo de condicionamento.

Pairwise Comparisons							
(I) Conditioning Time	(J) Conditioning Time	Mean Difference (I-J)	Std. Error	df	Sidak Sig.	95% Wald Confidence Interval for Difference	
						Lower	Upper
10,00	20,00	-20,3514	8,56476	1	,052	-40,8019	,0990
	60,00	-25,8296 ^a	8,57548	1	,008	-46,3056	-5,3536
20,00	10,00	20,3514	8,56476	1	,052	-,0990	40,8019
	60,00	-5,4782	8,58200	1	,892	-25,9697	15,0134
60,00	10,00	25,8296 ^a	8,57548	1	,008	5,3536	46,3056
	20,00	5,4782	8,58200	1	,892	-15,0134	25,9697

Pairwise comparisons of estimated marginal means based on the original scale of dependent variable Force_MPa

a. The mean difference is significant at the ,05 level.

Comparações pareadas para os diferentes tempos de condicionamento (Teste de Bonferroni, Anexo 1-A) indicam que a força de cisalhamento média obtida para os tempos de 20s e 60s é maior que aquela obtida para 10s. Os resultados também indicam que não existe diferença significativa entre os tempos 20s e 60s.

Anexo A-2 - Tabela comparação pareada para material adesivo

Pairwise Comparisons							
(I) Material	(J) Material	Mean Difference (I-J)	Std. Error	df	Sidak Sig.	95% Wald Confidence Interval for Difference	
						Lower	Upper
Silano Ângelus	Silano 3M	-43,0540 ^a	8,59074	1	<0,001	-63,5664	-22,5416
	Single Bond Universal	-35,3860 ^a	8,58621	1	<0,001	-55,8876	-14,8844
Silano 3M	Silano Ângelus	43,0540 ^a	8,59074	1	<0,001	22,5416	63,5664
	Single Bond Universal	7,6680	8,59620	1	,753	-12,8575	28,1935
Single Bond Universal	Silano Ângelus	35,3860 ^a	8,58621	1	<0,001	14,8844	55,8876
	Silano 3M	-7,6680	8,59620	1	,753	-28,1935	12,8575

Pairwise comparisons of estimated marginal means based on the original scale of dependent variable Force_MPa

a. The mean difference is significant at the ,05 level.

O teste de Bonferroni também foi utilizado para testar o efeito do adesivo (Anexo 1-B). Os resultados indicam que não existe diferença significativa entre os grupos R e U. Porém, a força de cisalhamento média obtida pelo grupo S, mostrou-se estatisticamente inferior às dos outros dois materiais.

ANEXO B

Anexo B -Tabela 5: Comparações pareadas dos tempos de condicionamento para teste de compressão.

PairwiseComparisons^b

(I) Conditioning_time	(J) Conditioning_time	MeanDifference (I-J)	Std. Error	df	Sig. ^a	95% ConfidenceInterval for Difference ^a	
						LowerBound	UpperBound
10	20	31,291	44,384	54	,862	-78,073	140,654
	60	112,200*	44,384	54	,043	2,837	221,564
20	10	-31,291	44,384	54	,862	-140,654	78,073
	60	80,910	44,384	54	,206	-28,454	190,273
60	10	-112,200*	44,384	54	,043	-221,564	-2,837
	20	-80,910	44,384	54	,206	-190,273	28,454

Based on estimated marginal means

a. Adjustment for multiple comparisons: Sidak.

*. The mean difference is significant at the ,05 level.

b. Dependent Variable: CompressiveStrength.

Comparações pareadas usando o ajuste Sidak mostraram que a resistência à compressão média observada com 60 segundos de condicionamento foi significativamente menor do que a observada com 10 segundos (valor-p = 0,043) . Os testes mostraram nenhuma diferença na resistência à compressão entre os tempos de 20 segundos e 60 segundos (valor-p = 0,206) e entre os tempos de 10 e 20 segundos (valor-p = 0,862) .