

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

GUSTAVO HENRIQUE BARBOSA DE ANDRADE

**Tratamento de superfície e adesão em materiais vitrocerâmicos
experimentais para aplicação odontológica**

BAURU
2015

GUSTAVO HENRIQUE BARBOSA DE ANDRADE

**Tratamento de superfície e adesão em materiais vitrocerâmicos
experimentais para aplicação odontológica**

Dissertação apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Accácio Lins do Valle

BAURU
2015

An24t De Andrade, Gustavo Henrique Barbosa
Tratamento de superfície e adesão em materiais
vitrocerâmicos experimentais para aplicação
odontológica. – Bauru, 2015.
75 p. : il. ; 31cm.

Dissertação (Mestrado) – Faculdade de
Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Accácio Lins do Valle

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

Assinatura:

Data:

DEDICATÓRIA

*A minha querida **avó Edméa**, que infelizmente não pode estar mais ao nosso lado, mas que está agora ao lado de Deus. Dedico esse trabalho a ela, pois sem suas orações e pensamento positivo nunca teria ingressado no mestrado e se quer teria alcançado tudo que pude alcançar até hoje em minha vida.*

*Obrigado **vó Diméia!***

AGRADECIMENTOS

*Agradeço primeiramente a meus pais **João Roberto e Paula**, que dedicaram cada minuto de suas vidas para me proporcionar uma vida formidável. Que abdicaram de praticamente tudo que era supérfluo para que eu pudesse chegar aonde cheguei. Devo tudo a esses dois seres maravilhosos e que amo tanto.*

*Ao meu querido **vô Expedito**, a pessoa com o espírito mais lindo que já conheci que trabalhou a vida toda e até hoje não para quieto, sempre colocando o próximo em primeiro lugar. E que desde quando eu era muito pequeno, em nossas experiências, me ensinou a ter o espírito curioso que levo até hoje.*

*A minha querida **vó Shirley**, esse ser extraordinário, um exemplo de força, que eu nunca perde o bom humor e boa vontade, não importa o que aconteça.*

*Aos meus padrinhos **tia Eliane e tio Geraldo** que me acompanharam por toda vida, me dando apoio e carinho, e me ajudaram em todos os sentidos para que pudesse chegar até aqui, e que geraram essas pessoas tão importantes em minha vida, meus **primos Rafa, Dani e Claudinha**, que sempre me serviram como exemplo (bom ou nem tanto) e que sem dúvida foram importantíssimos na formação de meu caráter.*

A todos meus tios, **tia Lu e tio Juninho, tia Rê e tio Andrés, Jansen e Elci, Lia e Sitta**, que sempre estiveram ao meu lado e me deram todo o carinho do mundo. E a todos meu primos que amo tanto: **Jay, Biel, Bruno, Rodolfo, Robson, Shirlinha, Sheila, Shalon, Evelyn e Carol**.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Accácio Lins do Valle** pela confiança e paciência, que desde a especialização soube me inspirar a ter a mesma paixão que ele tem pela reabilitação oral. E que no companheirismo e amizade me transmitiu infindáveis ensinamentos tanto para a vida profissão quanto para a vida pessoal.

Ao **Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro**, pelos ensinamentos tanto na prática da odontológica quanto na prática docente, não existe como calcular o quanto aprendi nesses anos de convivência com esse exemplo de profissional.

Ao **Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante**, pela amizade e apoio a pesquisa realizada nesta tese, que não teria sido realizada sem seu auxílio. E pelo incentivo constante para que a ciência seja feita em sua forma mais plena em nossa universidade.

Aos **Prof. Dr. Gerson Bonfante** e **Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira**, pelo grande conhecimento que adquiri, desde o início da graduação, especialização e mestrado. Dois exemplos de docentes, que não medem esforços quando se trata de transmitir conhecimento aos seus alunos.

Aos **Prof. Dr. José Henrique Rubo**, **Profa. Dra. Karin Hermana Neppelenbroek**, **Profa. Dra. Ana Lúcia Pompéia Fraga de Almeida**, **Profa. Dra. Simone Soares** e **Prof. Dr. Carlos do Reis Pereira de Araújo**, pelo convívio e aprendizado nas atividades de graduação e pós-graduação.

Ao técnico **Reivanildo F. Viana**, pela amizade e pelas longas conversas sobre a vida durante as intermináveis manhãs de ensaios mecânicos, a ajuda nos laboratórios e trabalhos protéticos de qualidade excepcional.

As queridas **Hebe e Cleuzinha**, pelo auxílio nas clínicas de pós-graduação, e pelos momentos tão divertidos durante as horas de descontração das clínicas. E aos funcionários **Débora, Cleide, Alcides e Marcelo Giatti**, pelo apoio nas atividades do mestrado.

Ao meu colega e grande amigo **Hugo Alberto Vidotti “Hugão”**, pela sensibilidade e genialidade. Poder trabalhar ao lado de um amigo que tem tanto a lhe ensinar, e que está disposto a transmitir todo esse conhecimento, é algo que preço nenhum pode pagar. Este trabalho jamais existiria se não fosse essa pessoa tão especial. Sem falar nos momentos de descontração memoráveis.

A **Dra. Mariana, Profa. Dra. Viviane e ao Prof. Edgar D. Zanotto**, pelo fornecimento dos materiais experimentais utilizados neste estudo, pelas belíssimas imagens de MEV, solicitude e auxílio na interpretação dos resultados.

Ao **Prof. Dr. José Roberto Pereira Lauris** pelo auxílio nas análises estatísticas e a **Profa. Claudia Portella** pela correção primorosa da língua portuguesa neste trabalho.

Aos amigos e colegas de mestrado **Sarna, Oscar, Patrick, Gui, Thereza, Déa, Ilana, Fer e Verena**, pelo companheirismo e apoio em todas as atividades nestes dois anos de construção profissional, a **Reabilitação Oral 2013** é uma família para mim. E também a todos meus colegas de pós-graduação **Fernanda Ferruzi, Jana, Henrique, Bruna, Vinicius Fardin, Samira** e todos os demais que convivi nesta fase tão enriquecedora.

Aos grandes amigos **Sarna, Bagulho e Manco**, pela parceria e paciência nesses dois anos de convivência nesse apartamento que posso chamar de lar, que sempre funcionou com muita harmonia. E pelos churrascos e afins, porque ninguém é de ferro.

Aos irmãos que escolhi **Zafa, Juninho, Yopa e Tháís “japa”**, pela amizade de longa data e pelo companheirismo nos bons e não tão bons momentos. As minhas amadas **Dri, Laura, Lu e Misty** por me ensinarem tanto sobre a vida, aos grandes amigos da **República Abacatero**, meu lar durante a graduação. Aos novos grandes amigos da **República Arapuca**, um porto seguro para mim durante todo o mestrado. E a inesquecível **turma XLIV**, a qual devo os melhores anos de minha vida.

“Do. Or do not. There is no try.”

Yoda

RESUMO

Materiais cerâmicos têm sido utilizados rotineiramente na clínica restauradora. A capacidade de adesão à sistemas adesivos de cimentação é um dos fatores críticos para o sucesso clínico. O objetivo do presente estudo foi avaliar as propriedades de adesão à um sistema de cimentação adesiva de dois materiais vitrocerâmicos experimentais, sendo um reforçado por dissilicato de lítio (D) e outro por metassilicato de lítio (M) para aplicação odontológica. Para tal, objetivou-se determinar a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união a um sistema de cimentação adesiva através de ensaios de microtração e caracterizar as alterações morfológicas decorrentes dos diferentes tratamentos de superfície testados. Três tratamentos de superfícies para cada material experimental foram selecionados: 1- jateamento com partículas de Al_2O_3 (J), 2- ataque ácido com ácido hidrofúorídrico a 10% por 20 segundos (20) e 3- ataque ácido com ácido hidrofúorídrico a 10% por 60 segundos (60). Um grupo do material comercial IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) foi utilizado como controle, seguindo as instruções do fabricante para o tratamento de superfície. As alterações morfológicas na superfície das cerâmicas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e demonstraram que os materiais experimentais são ácido sensíveis e sofreram modificações topográficas com o jateamento. Para os ensaios de microtração, os blocos das cerâmicas experimental e comercial tiveram suas superfícies condicionadas e silanizadas com o Agente Silano Relyx Ceramic Primer (3M ESPE), e posteriormente foram cimentados a blocos de resina composta Filtek Z100 (3M ESPE) com o cimento resinoso RelyX ARC (3M ESPE). Tais conjuntos foram seccionados, originando espécimes em forma de palito, com $1mm^2$ de área de secção transversal e submetidos ao ensaio de microtração. A análise estatística dos dados foi realizada por meio do teste de O teste utilizado foi o de Análise de Variância a um critério (One-Way ANOVA), adotando nível de significância de $\alpha=5\%$, O teste de Bonferroni foi utilizado para comparações múltiplas, demonstrando que os grupos D20 e M60 apresentaram melhores resultados de resistência de união. D20 não apresentou diferença estatística em relação ao grupo controle e M60 demonstrou resistência de união significativamente maior que o material comercial do grupo controle; levando, portanto, à conclusão de que os materiais experimentais testados apresentam características adequadas de adesão ao sistema de cimentação adesiva utilizado.

Palavras-chave: cerâmicas odontológicas, resistência de união, microtração

ABSTRACT

Surface treatment and bonding in experimental glass-ceramic materials for dental application

Ceramic materials have been routinely used in restorative clinic. The adhesion capacity to adhesive cementation systems is a critical factor for clinical success. The main objective of the present study was to evaluate the adhesion properties to an adhesive cementation system of two experimental vitroc ceramic materials, a reinforced by lithium disilicate (D) and another by lithium metasilicate (M) for dental application. For this purpose, the objective was to determine the influence of different surface treatments on bond strength to an adhesive cementation system through microtensile tests and characterize morphological changes resulting from the different surface treatments tested. Three surface treatments for each experimental material were selected: 1- blasting with Al₂O₃ particles (J), 2- etching with hydrofluoric acid 10% by 20 seconds (20) and 3- etching with hydrofluoric acid 10% for 60 seconds (60). A group of the commercial material, IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) was used as control, following the manufacturer's instructions for surface treatment. Morphological changes on the surface of the ceramics were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and demonstrated that experimental materials are acid sensitive and suffered topographical changes with the blasting. For the microtensile tests, the blocks of experimental and commercial ceramics had their surfaces conditioned and silanized with Silane agent Relyx Ceramic Primer (3M ESPE), and then they were cemented to resin composite blocks (Z100 Filtek blocks - 3M ESPE) with the resin cement, RelyX ARC (3M ESPE). These sets were sectioned, resulting in stick-shaped specimens, with 1 mm² cross sectional area and submitted to the microtensile tests. The test used was the analysis of variance to a criterion (One-Way ANOVA), adopting a significance level of $\alpha = 5\%$, the Bonferroni test was used for multiple comparisons, demonstrating that the D20 and M60 showed best results of bond strength. D20 showed no statistical difference in relation to the control group and M60 demonstrated significantly bond strength better than the commercial material of the control group; leading to the conclusion that the experimental material tested has appropriate characteristics of adhesion to the cementation system used.

Key words: dental ceramics, bond strength, microtensile.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1 - Bloco cerâmico para análise em microscópio eletrônico de varredura.....	40
Figura 2 - a) bloco cerâmico, b) padronização da cimentação, c) espécime finalizado.....	44
Figura 3 - a) corte com disco diamantado sob refrigeração, b) fatias na espessura de 1 mm em um sentido, c) cortes nos dois sentidos já realizados.....	45
Figura 4 - a) espécime de microtração , b) espécime fixado ao dispositivo para microtração com cola à base de cianocrilato, c) dispositivo montado à maquina de ensaios mecânicos.....	45
Figura 5 - Imagem de MEV de espécimes do material comercial IPS E.max CAD, a) sem tratamento de superfície, b) ácido HF 10% por 20 segundos.....	49
Figura 6 - Imagem de MEV de espécimes da cerâmica experimental à base de dissilicato de lítio, a) sem tratamento de superfície, b) ácido HF 10% por 20 segundos, c) ácido HF 10% por 60 segundos, d) jateado com partículas de Al ₂ O ₃	50
Figura 7 - Imagem de MEV de espécimes da cerâmica experimental à base de metassilicato de lítio, a) sem tratamento de superfície, b) ácido HF 10% por 20 segundos, c) ácido HF 10% por 60 segundos, d) jateado com partículas de Al ₂ O ₃	51
Figura 8 - Tipos de fratura a) adesiva em cerâmica grupo M60, b) mista grupo controle, c) coesiva em cerâmica grupo D20 e d) coesiva em resina grupo M60.....	54

- GRÁFICOS

Gráfico 1 - Representação gráfica das médias e desvios-padrão dos dados de resistência obtidos no ensaio de microtração para as condições experimentais..... 52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais utilizados e suas características.....	39
Tabela 2 - Identificação das amostras de MEV.....	42
Tabela 3 - Grupos testados.....	43
Tabela 4 - Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência à microtração para os diferentes materiais cerâmicos experimentais, o material comercial (controle) e as duas condições de tratamentos de superfície (MPa).....	52
Tabela 5 - Resultado do teste de Análise de Variância a um critério (One-way ANOVA) (nível de significância de $\alpha=5\%$) para os fatores testados.....	53
Tabela 6 - Comparação entre as médias da resistência no ensaio de microtração.....	53
Tabela 7 - Classificações de fratura e as porcentagens para cada grupo, sendo: Adesiva em cerâmica (AC), coesiva em cerâmica (CC), coesiva em resina (CR) e mista (M), combinação de fratura adesiva e coesiva.....	54

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

AC	fratura adesiva em cerâmica
CAD/CAM	computer-aided design / computer-aided manufacturing
CC	fratura coesiva em cerâmica
CR	fratura coesiva em resina composta
D	dissilicato de lítio (experimental)
HF	hidrofluorídrico
J	jateado com óxido de alumínio
M	fratura mista
M	metassilicato de lítio
MEV	microscopia eletrônica de varredura
PPF	prótese parcial fixa

LISTA DE SÍMBOLOS

°	graus
°C	graus célsius
µm	micrómetro
A	área da secção transversal do espécime
Al ₂ O ₃	óxido de alumínio
F	força aplicada
min	minuto
mm	milímetros
mm ²	milímetro quadrado
MPa	megapascal
N	Newtons
s	segundos
δ	resistência de união à microtração

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	REVISÃO DE LITERATURA	21
2.1	CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS	23
2.2	TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE	27
2.3	ENSAIOS MECÂNICOS DE ADESÃO	29
3	PROPOSIÇÃO	33
4	MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1	AVALIAÇÃO DAS ALTERAÇÕES MORFOLÓGICAS DE SUPERFÍCIE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	39
4.1.1	OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES	39
4.1.2	TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE	40
4.1.3	ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	42
4.2	TESTE DE MICROTRAÇÃO	42
4.2.1	OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES	42
4.2.2	ENSAIO DE MICROTRAÇÃO	45
4.2.3	ANÁLISE FRACTOGRÁFICA	46
4.2.4	ANÁLISE ESTATÍSTICA	46
5	RESULTADOS	47
5.1	ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	49
5.1.1	IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent)	49
5.1.2	Dissilicato de Lítio (experimental)	50
5.1.3	Metassilicato de Lítio (experimental)	51
5.2	ENSAIO DE MICROTRAÇÃO	51
5.2.1	ANÁLISE FRACTOGRÁFICA	53
6	DISCUSSÃO	55
7	CONCLUSÕES	65
	REFERÊNCIAS	69

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO

Durante as últimas três décadas, uma tendência à utilização de restaurações livres de metal na área odontológica tem sido observada. Para acompanhar essa demanda de pacientes e cirurgiões-dentistas por uma alta exigência estética, biocompatibilidade e durabilidade, inúmeros sistemas totalmente cerâmicos têm sido desenvolvidos (DENRY; HOLLOWAY, 2010). Sílica e cerâmicas vítreas têm sido utilizadas para revestir infraestruturas metálicas e cerâmicas com o intuito de ganho estético. Em aplicações monolíticas, restaurações de menores proporções como inlays, onlays, facetas laminadas e coroas também podem ser confeccionadas (GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011).

O desenvolvimento de novos materiais totalmente cerâmicos tem como objetivo uma busca por melhor estética, biocompatibilidade e resistência. Apesar do grande sucesso clínico das coroas e próteses fixas metalo-cerâmicas, o aumento da resistência das infraestruturas cerâmicas tem possibilitado a construção de restaurações livres de metal com maior segurança (YOSHIMURA; GONZAGA et al., 2012).

A eficiência clínica dessas restaurações livres de metal vem sendo demonstrada, principalmente em casos em que a indicação de próteses fixas metalo-cerâmicas por motivos estéticos não é indicada, devido à descoloração, opacidade, galvanização e toxicidade dessas (RAIGRODSKI; CHICHE, 2001, NAPANKANGAS; RAUSTIA, 2011), em comparação às próteses cerâmicas que apresentam maior translucidez e melhor transição entre a gengiva e a restauração. (SOLA-RUIZ; LAGOS-FLORES et al., 2013)

Atualmente, inúmeros sistemas totalmente cerâmicos estão disponíveis para a construção de restaurações livres de metal. Dentre os mais populares estão as cerâmicas reforçadas por leucita, as vitrocerâmicas, os compósitos cerâmicos infiltrados por vidro e as cerâmicas policristalinas (YOSHIMURA; GONZAGA et al., 2012). Podemos dividi-los também de acordo com sua forma de fabricação: método tradicional (pó líquido), técnica do slip-casting, injeção a altas temperaturas e CAD/CAM (design da restauração desenvolvido em computador e usinadas em fresadoras computadorizadas) (BEIER; KAPFERER et al., 2012).

Em 1998, foram introduzidas no mercado odontológico as vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio, o IPS Empress II (Ivoclar Vivadent), o qual, no

entanto, apresentou altas taxas de falha em estudos clínicos. Em seguida, como uma evolução ao mesmo, em 2005, o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) substituiu o IPS Empress II, também reforçado por dissilicato de lítio, apresentando cristais menores e aumento na resistência em relação a seu antecessor, o que permitia a possibilidade de confecção de próteses parciais fixas de até 3 elementos de estrutura monolítica. Sucessos clínicos de até 8 anos foram relatados. A confecção de PPFs monolíticas se tornou uma opção aceita às próteses cerâmicas de estrutura estratificada, que apresentam taxas elevadas de lascamentos em suas cerâmicas de cobertura (KERN; SASSE et al., 2012).

Ainda com o desenvolvimento do condicionamento ácido, sistemas adesivos e agentes de união como o silano, tornou-se possível também a confecção de laminados totalmente cerâmicos, que são usados para melhorar a forma e a posição dos dentes, realizar fechamento de diastemas, substituir restaurações em resinas esteticamente insatisfatórias, restaurar dentes com abrasões e até mascarar alterações de cor da estrutura dentária. Sendo uma alternativa ao preparo total na confecção de coroas, contribuem para a manutenção da estrutura dentária (BEIER; KAPFERER et al., 2012).

Os conhecimentos atuais sobre a adesão de materiais restauradores são baseados em dois fundamentos: adesão química e retenção micromecânica. A primeira se baseia em conexões moleculares feitas na interface; enquanto a segunda, na interpenetração dos componentes das duas interfaces. O tratamento de superfície das cerâmicas cria microporosidades, aumentando o potencial de retenção mecânica ao cimento, por isso a asperização da superfície com jatos de partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) ou ácido hidrófluídrico (HF) e a aplicação de silano como agente de união são recomendados para o aumento da resistência de união entre a cerâmica e o cimento (DILBER; YAVUZ et al., 2012).

O crescente aumento na demanda da utilização dos vitrocerâmicos reforçados por dissilicato de lítio tem levado a indústria odontológica a buscar alternativas. Com isto, o Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos vem desenvolvendo materiais nacionais que buscam propriedades mecânicas e óticas satisfatórias para sua utilização em restaurações indiretas na odontologia. Desse modo, espera-se desenvolver materiais alternativos aos comerciais disponíveis no mercado.

Dois desses materiais experimentais foram analisados no presente estudo, sendo ambos destinados a processamento em CAD/CAM. Uma vitrocerâmica reforçada por dissilicato de lítio, que apresentou resultados preliminares de dureza de vickers de 6,0 GPa contra 5,78 GPa do material comercial (IPS emax) e, em testes de tenacidade à fratura por indentação vickers, valores de 1,7 MPa.m^{1/2} e 1,69 MPa.m^{1/2}, respectivamente em comparativo entre o material experimental e o comercial. O segundo material experimental analisado foi uma vitrocerâmica reforçada por metassilicato de lítio, que além de apresentar as qualidades óticas adequadas do material comercial (IPS e.max), tem como vantagem não necessitar de tratamento térmico pós-usinagem.

A caracterização da capacidade de adesão dos materiais cerâmicos experimentais a sistemas de cimentação adesiva ainda não foi determinada. Dada a sua importância clínica, tal caracterização se torna necessária para o estabelecimento da possível indicação desses materiais para restaurações indiretas que dependem sobremaneira da adesão a estruturas dentárias, i.e. reconstruções parciais como inlays, onlays e laminados cerâmicos.

2 Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1. CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

Por mais de cinco décadas, as coroas metalo-cerâmicas têm sido utilizadas em larga escala na odontologia. Porém, a busca por materiais com propriedades óticas (estéticas) superiores vem crescendo, levando ao desenvolvimento das próteses totalmente cerâmicas. Com propriedades mecânicas satisfatórias e sem infraestrutura metálica para ser mascarada, as coroas totalmente cerâmicas apresentam translucidez e valor muito mais próximos da estrutura dentária (KELLY, 2008).

Desenvolvida em 1903, a primeira coroa de cerâmica feldspática fez crescer o interesse dos clínicos e pacientes por materiais não metálicos e biocompatíveis, levando-nos a 1965, quando McLean, ao adicionar Al_2O_3 à cerâmica feldspática, tornou-se pioneiro no aumento das propriedades mecânicas e físicas do material. No entanto, em uma avaliação clínica de curto prazo, esse material apresentou alta fragilidade, propagação de trincas, baixa resistência à tração e ao desgaste e adaptação marginal, limitando assim sua utilização (MCLEAN; HUGHES, 1965).

Com o passar dos anos, sistemas totalmente cerâmicos foram desenvolvidos para suprir tal demanda. Entre os mais populares estão as cerâmicas reforçadas por leucita, vitrocerâmicas, compósitos cerâmicos infiltrados por vidro e cerâmicas policristalinas (YOSHIMURA; GONZAGA et al., 2012).

Logo as restaurações cerâmicas passaram a ser usadas amplamente em regiões anteriores e posteriores da cavidade oral. Atualmente, os materiais cerâmicos restauradores mais populares são dissilicato de lítio e a zircônia, apresentando o dissilicato de lítio maior translucidez, mas com propriedades mecânicas inferiores em relação à zircônia. Ambos os materiais podem ser usados em restaurações monolíticas ou como infraestrutura com cerâmica de cobertura (PIEGER; SALMAN et al., 2014).

Essas coroas cerâmicas, na grande maioria dos sistemas, apresentam boas propriedades físicas na confecção de infraestruturas que, ao receberem uma cerâmica de cobertura, passam a ter ótimas propriedades estéticas; contudo, essas restaurações apresentam como desvantagem uma suscetibilidade à fratura de suas

cerâmicas de cobertura, e também a necessidade de um maior preparo dental para que se obtenha a espessura adequada a fim de que a mesma não se apresente fragilizada. (KIM; OH et al., 2012).

Sailer, Feher et al. reportaram que a falha mais comum em coroas cerâmicas era a fratura da cerâmica de cobertura, com uma falha chegando a 15,2%. Tais fraturas são atribuídas aos diferentes coeficientes de expansão térmica das cerâmicas da base e de cobertura, e também a erros técnicos durante a condensação das peças (SAILER; FEHER et al., 2007).

As vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio ($\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$) foram introduzidas no mercado em 1998 pela Ivoclar Vivadent, recebendo o nome comercial de IPS Empress II, uma evolução ao IPS Empress, também uma vitrocerâmica, porém reforçada por leucita, a qual apresentava propriedades mecânicas inferiores ao IPS Empress II. Ambas apresentavam propriedades óticas excelentes e mecânicas elevadas se comparadas às cerâmicas feldspáticas.

Em 2005 foi lançado o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent). Trata-se também de um sistema de confecção de restaurações vitrocerâmicas, reforçado por dissilicato de lítio, tido como uma evolução ao IPS Empress II, que sofreu algumas modificações em seu processamento, trazendo então propriedades mecânicas superiores a seu antecessor, além da possibilidade de confecção de restaurações monolíticas.

Processado através da técnica da cera perdida e injeção a quente, ele simplificou o problema de contração durante a queima da cerâmica, comum para as feldspáticas, devido à alta pressão de injeção da cerâmica no molde de revestimento em alta temperatura. Desta maneira, a variação dimensional somente ocorre durante o resfriamento, que pode ser controlado por adequada expansão do revestimento. Mais recentemente, o IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) foi introduzido no mercado, sistema esse que é processado através da tecnologia CAD/CAM (Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing).

Com uma microestrutura caracterizada por uma fase cristalina de dissilicato de lítio (70%), circundada por uma matriz vítrea à base de SiO_2 e uma segunda fase cristalina de pequeno volume de ortofosfato de lítio, Li_3PO_4 , o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) apresenta, em sua fase cristalina, cristais alongados de aproximadamente $5\mu\text{m}$ de comprimento por $0,8\mu\text{m}$ de diâmetro (HOLLAND; SCHWEIGER et al., 2000; GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011). Essa microestrutura

incomum, constituída de pequenas interligações entre os cristais que estão randomicamente orientados, impede a propagação de trincas e aumenta substancialmente a resistência flexural em relação às vitrocerâmicas convencionais (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014).

Sua fabricação se inicia com a formação da matriz vítrea. O material “cru” ($\text{LiCO}_3+\text{SiO}_2$) é combinado e aquecido a uma temperatura acima de seu ponto de fusão (1100°C a 1400°C), liberando CO_2 , em um processo conhecido como homogeneização. O vidro fundido é vertido num molde e reaquecido a 400°C para reduzir tensões internas, evitar rachaduras e ganhar a resistência requerida. Tal processo é conhecido como nucleação, no qual a quantidade adequada de cristas de dissilicato de lítio é alcançada (70% do volume total) e os cristais atingem seu tamanho maduro. Esse estado denomina-se cristalização parcial. O reaquecimento faz-se necessário para um reagrupamento mais denso dos cristais (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014).

Os blocos de IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) são expostos a um processo de cristalização de 2 estágios. Os cristais de metassilicato de lítio precipitados, durante a primeira fase, apresentam cristais de 0.2 a 1.0 μm e aproximadamente 40% de seu volume. Neste estágio pré-sinterizado, os blocos para CAD/CAM apresentam uma resistência flexural de 130 a 150 MPa, que permite a usinagem e ajuste oclusal intra-oral. O processo de cristalização final ocorre após a sinterização a vácuo da restauração a 850°C . A fase de cristalina é dissolvida completamente e se cristaliza em dissilicato de lítio. Esse processo também converte a cor azul do bloco para a matiz de dente selecionada, resultando em um vitrocerâmico com cristais de cerca de 1,5 μm e um volume de 70% incorporado a uma matriz vítrea (GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011).

Testes de resistência flexural demonstraram resistência à fratura de 300-400 MPa em comparação a 112 MPa de vitrocerâmicos reforçados por leucita. Em relação à tenacidade à fratura, o dissilicato de lítio apresentou resultados de 2.8-3.5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, enquanto as cerâmicas à base de leucita caracterizam-se por um valor de em média 1,3 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (HOLAND; SCHWEIGER et al., 2000; RAIGRODSKI, 2004). Tais propriedades permitem a indicação do material para a confecção de próteses de até três elementos, com o segundo pré-molar como último pilar, desde que respeitadas as dimensões dos conectores de 4 a 5 mm (ocluso-gengival) e 3 a 4 mm (buco-lingual) (RAIGRODSKI, 2004).

Além de propriedades mecânicas elevadas, o material também possui uma adequada translucidez, demonstrando uma densidade ótica de 1,85 diante de 0,79 de cerâmicas à base de zircônia e de 1,86 da dentina de caninos humanos. Apresenta-se assim uma diferença não significativa para a dentição natural. (PEKKAN; PEKKAN et al., 2011) Em ensaios de translucidez relativa, o dissilicato de lítio mostrou resultados de 0,78 (0.0 representa a total transparência e 1.0 a total opacidade) diante de 0.94 (*VITA In-Ceram Alumina*), 1.0 (*VITA In-Ceram Zirconia*), 1.0 (*Cercon Base Zirconia*) (CHEN; SMALES et al., 2008).

O material possui, portanto, versatilidade na resolução de situações clínicas, desde próteses fixas a reconstruções parciais, como inlays e laminados cerâmicos. Estudos clínicos demonstraram que coroas unitárias apresentam taxa de sobrevivência cumulativa de 97,4% após 5 anos e 94,8% após 8 anos, sem diferença significativa na taxa de sobrevivência entre coroas posteriores e anteriores (GEHRT; WOLFART et al., 2013). Outro estudo clínico avaliou a sobrevivência de próteses parciais em áreas estéticas, apresentando uma taxa de sucesso de 71,4% após 10 anos de controle (SOLA-RUIZ; LAGOS-FLORES et al., 2013).

Ainda mais recentemente, em 2014, dentro das limitações de uma revisão de literatura, Pieger, Salman et al. puderam concluir que, coroas unitárias em curto prazo (1 a 5 anos) apresentam excelente taxa de sobrevivência, com taxa cumulativa de sobrevivência de 100% em 2 anos e de 97,8% em 5 anos. As evidências em médio prazo (5 a 10 anos) são limitadas, com os dados de um estudo que contribuiu com uma taxa cumulativa de sobrevivência de 96,7%. A maioria das falhas em coroas unitárias ocorreu na região posterior. Para próteses parciais fixas de dissilicato de lítio, evidências em curto prazo (1 a 5 anos) indicaram uma taxa cumulativa de sobrevivência de 78,1% em 5 anos, enquanto evidências em médio prazo (5 a 10 anos) também são limitadas, com dados de apenas um estudo, contribuindo com uma taxa cumulativa de sobrevivência de 70,9% em 10 anos. Novamente, a maioria das falhas ocorreu na região posterior (PIEGER; SALMAN et al., 2014).

Sua versatilidade ainda é demonstrada na confecção de restaurações parciais, apresentando sucesso de 97% no acompanhamento de inlays em um período de 4 anos (PEUMANS; VOET et al., 2013), demonstrando também resultados de 97 a 100% de sucesso na sua aplicação em facetas em 5 anos de acompanhamento (LAYTON; CLARKE, 2013).

Vale a pena ressaltar ainda que, no preparo dental para laminados cerâmicos, a maioria das margens é exposta ao meio oral, levando à infiltração marginal e à dissolução do agente de cimentação. A seleção do cimento correto para a cimentação dos laminados cerâmicos é um passo muito importante para uma boa adesão do cimento resinoso à estrutura dentária. As características da superfície de cimentação da restauração são primordiais para o sucesso do processo (LAMBADE; GUNDAWAR et al., 2015).

2.2. TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

O sucesso clínico de uma restauração cerâmica depende da qualidade e durabilidade da adesão entre cerâmica e cimento resinoso. A qualidade dessa adesão é determinada por mecanismos adesivos, os quais são controlados em parte pelo tratamento de superfície utilizado, em parte pela retenção ao substrato da cerâmica. A retenção micromecânica na superfície da cerâmica é um fator muito importante em sua adesão aos cimentos resinosos. Modificações morfológicas em sua superfície podem promover uma maior resistência de união. Após esse tratamento, o cimento resinoso é aplicado à cerâmica e sua penetração e polimerização são responsáveis pela adesão. (MAROCHO; OZCAN et al., 2013)

Para se obter a adesão desejada entre o cimento e a superfície cerâmica, faz-se necessário um pré-tratamento para aumento da retenção, adaptação marginal e resistência à fratura da restauração. Entre os principais métodos de tratamento de superfície utilizados hoje estão a fresagem, a abrasão com instrumentos diamantados rotatórios, a abrasão com partículas de Al_2O_3 em ar comprimido, o condicionamento ácido, o jateamento e a combinação de qualquer um desses métodos (RIBEIRO; SEGALLA et al., 2012).

Para promover a união do cimento resinoso à superfície interna de restaurações cerâmicas adesivas, dois procedimentos são comumente indicados: 1) adesão mecânica promovida por condicionamento ácido e 2) adesão química promovida pelo silano. O condicionamento ácido com ácido hidrófluorídrico modifica a superfície da vitrocerâmica, dissolvendo sua fase vítrea. Esse processo cria irregularidades na superfície e amplia a área de contato entre o sistema adesivo e a vitrocerâmica. Essa superfície rugosa aumenta a retenção mecânica, permitindo que o adesivo se interligue com as irregularidades da superfície criadas pelo ácido hidrófluorídrico. Tais alterações morfológicas em superfícies tratadas pelo ataque

ácido, levam a um aumento significativo dos valores de resistência de união (BRUM; MAZUR et al., 2011).

Outro tratamento recomendado para superfícies cerâmicas envolve o jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) para aumentar a retenção mecânica. Após essa abrasão, a superfície cerâmica precisa ser coberta por silano, que formará uniões químicas entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do cimento resinoso (MAROCHO; OZCAN et al., 2013).

A abrasão com partículas de óxido de alumínio com ar comprimido é efetiva e prática para a criação de uma superfície rugosa mais comum em cerâmicas de óxidos de alumínio. Mudanças na topografia da superfície das cerâmicas ocorrem após o jateamento. Essa técnica é normalmente utilizada em laboratórios de prótese e no consultório, com o uso de aparelhos mais compactos que facilitam sua aplicação. O jateamento produz uma superfície rugosa irregular, amplia a área dessa superfície e aumenta sua molhabilidade, porém o jateamento excessivo pode levar a lascamentos e perda significativa de material cerâmico. O tamanho da partícula, a duração do procedimento, a pressão e a distância usadas durante o procedimento são fatores importantes para a performance da cimentação adesiva (RIBEIRO; SEGALLA et al., 2012).

Entretanto, mesmo que se utilize o jateamento ou o condicionamento ácido com ácido hidrofúorídrico, a utilização do silano nas superfícies já tratadas ainda é muito recomendada. Nagai, Kawamoto et al. sugerem que os agentes de ligação do silano são efetivos nas vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio, devido ao fato de elas apresentarem de 57-80% de sílica. Sua união mecânica pode ser considerada similar às cerâmicas convencionais. Uma reação de condensação é esperada entre a sílica do material cerâmico e o grupo trimetoxissilil do agente silano (NAGAI; KAWAMOTO et al., 2005).

O silano é utilizado em compósitos resinosos como agente de união entre a matriz orgânica e a fase inorgânica. O agente silano, aplicado em uma cerâmica (previamente ou não) a tratamentos de superfície, tende a aumentar a força de cimentação. A principal razão apontada é o aumento na propriedade de molhamento, favorecendo a união química entre o sistema adesivo ou cimento resinoso à superfície cerâmica. (PEREIRA; BUONO et al., 2010). Alguns autores relataram maior resistência de união com a aplicação do silano associada ao condicionamento de superfície com ácido hidrofúorídrico. (CHEN; MATSUMURA et

al., 1998, PHRUKKANON; BURROW et al., 1998, DELLA BONA; ANUSAVICE et al., 2003)

2.3. ENSAIOS MECÂNICOS DE ADESÃO

Com a crescente diversidade de materiais adesivos existentes no mercado, ensaios mecânicos in vitro para avaliar a adesão destes tornaram-se muito importantes. Ensaios de tração e cisalhamento, por muito tempo, foram comumente utilizados, porém esses testes sofrem uma significativa influência da geometria dos espécimes, da condição da carga e das propriedades dos materiais analisados (EL ZHAIRY; SABER et al., 2010).

Akgungor, Akkayan et al. utilizaram três diferentes espessuras de cerâmica de cobertura (1.0, 1.5 e 2mm), em infraestruturas de dissilicato de lítio, tendo suas superfícies de cimentação tratadas por 60 segundos com ácido hidrofúorídrico 10%, cimentados a dentes naturais, utilizando dois tipos de cimentos: um de polimerização dual e outro fotopolimerizável. Através de testes de cisalhamento, foram obtidos resultados entre 13.2 e 15.9 MPa de resistência de união (AKGUNGOR,;AKKAYAN et al., 2005).

Cekic-Nagas, Canay et al. analisaram as vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio e sua adesão a dois materiais resinosos utilizados para a confecção de núcleos. As superfícies cerâmicas foram tratadas com ácido hidrofúorídrico 9,6% por 2 minutos, seguido de silano por 30 segundos. Através de testes de cisalhamento, chegaram a resultados variando entre 11.48 e 15.94 MPa (CEKIC-NAGAS; CANAY et al., 2010).

Em 2009, em um estudo com cerâmicas reforçadas com dissilicato de lítio, analisaram-se maneiras diferentes de descontaminação da superfície de cimentação desse material. Utilizando tratamento de superfície com ácido hidrofúorídrico 5% por 20 segundos, em ensaios de tração, foram apresentados resultados de 45.7 a 56.5 MPa de resistência de união (KLOSA; WOLFART et al., 2009).

Klosa, Boesh et al. propuseram um novo material para o tratamento de superfície do dissilicato de lítio, o tetrafluoreto de titânio. Em suas análises, esse tratamento apresentou resultados inferiores ao tratamento de superfície convencional. Os espécimes do grupo controle positivo, que foram condicionados com ácido hidrofúorídrico 5% e silanização, demonstraram 40.2MPa de resistência

de união em ensaios de cisalhamento, enquanto um grupo de controle negativo, no qual nenhum tipo de tratamento de superfície foi realizado, apenas foram silanizados, apresentou somente 10MPa nos mesmos ensaios (KLOSA; BOESCH et al., 2013).

No entanto, o estudo da adesividade entre cimentos resinosos e a cerâmica não é tarefa fácil, pois testes de cisalhamento induzem a falhas em dobra ou deslizantes, enquanto testes de tração provocam um stress uniforme na superfície adesiva, tendendo a demonstrar, com maior precisão, possíveis falhas adesivas. Recentes pesquisas têm indicado os ensaios de microtração como a melhor escolha para se alcançarem valores de resistência de união confiáveis. (PEREIRA; BUONO et al., 2010)

Para a análise da resistência de união das cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio, Aboushelib e Sleem cimentaram discos do material já processado a discos de resina composta. Em seguida, seccionou-os para confecção dos espécimes de microtração. O grupo do material IPS Empress 2 demonstrou valores de 21.5 MPa de resistência de união, ao passo que o grupo de IPS e.max CAD alcançou 25.8 MPa. Nesse mesmo estudo, avaliou-se mais um dissilicato de lítio, desta vez reforçado por zircônia, material este que apresentou resultados superiores de resistência de união ao sistema adesivo utilizado. O material de nome comercial Celtra (Degudent) demonstrou valores de resistência de união de 30.4MPa. Dois tipos de tratamento de superfície foram comparados: ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos e jateamento (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014).

Em 2013, cimentando blocos de e.max Press (Ivoclar Vivadent) a blocos de resina composta, Guarda, Correr et al. realizaram ensaios de microtração, obtendo valores de resistência de união de 35.0MPa nos espécimes que tiveram suas superfícies de cimentação tratadas com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos e 26.9MPa no grupo que recebeu jateamento com Al_2O_3 de 50 μ m. O mesmo estudo avaliou a variação desses resultados após testes de fadiga e termociclagem, em que se pôde observar uma redução desses valores (GUARDA; CORRER ET AL., 2013).

Desenvolvido por Sano et al., o ensaio de microtração preconiza a confecção de espécimes seccionados em palitos retangulares ou cilíndricos de 0.5 a 1.5mm² de secção transversal (SANO; SHONO et al., 1994). As pequenas dimensões das interfaces de cimentação dos espécimes resultam em uma

distribuição mais uniforme do stress aplicado durante o ensaio, além do fato de espécimes maiores tenderem a ter mais defeitos do que os menores (ERGUN; CEKIC et al., 2006). Os testes de microtração têm se mostrado mais sensíveis a pequenas diferenças na resistência de união e na caracterização de materiais, se comparados a diferentes ensaios de cisalhamento, que sofrem com problema de concentração de stress no ponto de carga. (POLLINGTON; FABIANELLI et al., 2010)

3 Proposição

3 PROPOSIÇÃO

O presente estudo teve como objetivo determinar a influência de diferentes tratamentos de superfície dos materiais cerâmicos na resistência de união a um sistema de cimentação adesiva e caracterizar as alterações morfológicas decorrentes de tais tratamentos.

O objetivo específico é testar as seguintes hipóteses nulas:

I - não há diferença na adesividade dos materiais experimentais em relação aos diferentes tratamentos de superfície propostos;

II - não há diferença na adesividade dos diferentes materiais experimentais em relação ao material comercial.

4 Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

Para a realização deste estudo, foram analisados três materiais cerâmicos: o IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent), utilizado como controle positivo, e duas vitrocerâmicas experimentais cedidas pelo LaMaV-UFSCAR (Laboratório de Materiais Vítreos, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos), uma reforçada por dissilicato de lítio e outra por metassilicato de lítio. Todos os materiais foram desenvolvidos para processamento em CAD/CAM (tabela 1).

Material	Composição	Fabricante	Classificação
IPS e.max CAD	57–80% SiO ₂ , 11–19% Li ₂ O, 1–14% La ₂ O ₃ , 0–14% K ₂ O	Ivoclar Vivadent	Vitrocêramica (controle positivo)
Dissilicato de Lítio	57–80% SiO ₂ , 11–19% Li ₂ O, 1–14% La ₂ O ₃ , 0–14% K ₂ O	LamaV Ufscar	Vitrocêramica experimental
Metassilicato de Lítio	50-70% SiO ₂ ; 27-42 Li ₂ O e Na ₂ O, CaO, MgO, K ₂ O, BaO, ZnO, SrO, Al ₂ O ₃ , ZrO ₂	LamaV Ufscar	Vitrocêramica experimental

Tabela 1 – Materiais utilizados e suas características

Foram avaliadas as alterações morfológicas desses materiais perante diferentes tratamentos de superfície por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sua adesividade a um sistema de cimentação adesiva através de ensaios de microtração.

4.1. AVALIAÇÃO DAS ALTERAÇÕES MORFOLÓGICAS DE SUPERFÍCIE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

4.1.1. OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES

Os espécimes foram obtidos através do corte de blocos cerâmicos maiores com disco diamantado (Isomet Low Speed Saw, Buehler) sob refrigeração com água, originando blocos cerâmicos de dimensões de 6,0 x 6,0 x 5,0 mm de altura (figura 1). Quatro espécimes para cada material experimental e dois para o grupo controle foram confeccionados, totalizando 10 espécimes analisados por MEV.



Figura 1 – bloco cerâmico para análise em microscópio eletrônico de varredura.

Os blocos já seccionados passaram por uma sinterização final, seguindo as seguintes instruções:

- blocos do grupo controle positivo (IPS e.max CAD) passaram pela sinterização final seguindo as instruções do fabricante (Ivoclar Vivadent);
- blocos do dissilicato de lítio experimental passaram pela sinterização final em um forno (Alumini Sinter Press, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, Brasil) a uma temperatura de 850°C por 80 min;
- blocos de metassilicato de lítio não necessitaram de tratamento térmico, pois sua forma de usinagem já é sua forma final de trabalho.

Uma superfície de todos os blocos foi regularizada com lixas abrasivas de granulação 320 e 600 em uma politriz metalográfica de baixa velocidade.

4.1.2 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

Cada um dos espécimes recebeu um tratamento de superfície diferente.

O material do grupo controle positivo do IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) teve sua superfície tratada com ataque ácido por 20 segundos (tratamento de superfície preconizado pelo fabricante Ivoclar Vivadent).

A superfície regularizada recebeu o ácido hidrófluorídrico 10% em gel (Condicionador de Porcelana Angelus) por 20 segundos e em seguida, foi lavada por 30 segundos com água e seca com jatos de ar.

Os materiais experimentais, dissilicato e metassilicato de lítio, foram submetidos a três tratamentos de superfície diferentes.

1- Ataque ácido por 20 segundos (tratamento de superfície preconizado pela Ivoclar Vivadent para o IPS e.max CAD).

A superfície regularizada recebeu o ácido hidrofúorídrico 10% em gel (Condicionador de Porcelana Angelus) por 20 segundos e em seguida, foi lavada por 30 segundos com água e seca com jatos de ar.

2- Ataque ácido por 60 segundos

A superfície regularizada recebeu o ácido hidrofúorídrico 10% em gel (Condicionador de Porcelana Angelus) por 60 segundos e em seguida, foi lavada por 30 segundos com água e seca com jatos de ar.

3- Jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 μ m (Bio-Art – São Carlos/SP, Brasil).

A superfície regularizada recebeu o jateamento com partículas de óxido de alumínio por 20 segundos, a uma distância de 10mm com o aparelho Professional Jet 2 (EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, Brasil) e em seguida, foi lavada com água por 30 segundos e seca com jatos de ar.

Uma amostra de cada um dos materiais não teve sua superfície tratada previamente à análise em MEV, para ser utilizada como um padrão sem tratamento de superfície.

Para facilitar a identificação, as amostras receberam as seguintes denominações (tabela 2):

Sigla	Material e tratamento de superfície
C (0)	IPS e.max CAD sem tratamento de superfície
C+	IPS e.max CAD condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos
D	Dissilicato de lítio experimental sem tratamento de superfície
D20	Dissilicato de lítio experimental condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos
D60	Dissilicato de lítio experimental condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 60 segundos
DJ	Dissilicato de lítio experimental jateado com partículas de óxido de alumínio
M	Metassilicato de lítio experimental sem tratamento de superfície
M20	Metassilicato de lítio condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos
M60	Metassilicato de lítio condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 60 segundos
MJ	Metassilicato de lítio experimental jateado com partículas de óxido de alumínio

Tabela 2: Identificação das amostras de MEV.

4.1.3 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Todas as amostras foram revestidas em ouro com o equipamento da marca Quorum Technologies, modelo Q150R ES, e examinadas no equipamento da marca Philips, modelo XL-30 (FEG), do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE – UFSCar). Foi realizada uma caracterização qualitativa das alterações morfológicas das superfícies perante os diferentes tratamentos propostos.

4.2. TESTE DE MICROTRAÇÃO

4.2.1. OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES

Para avaliar a resistência de união dos materiais testados a um sistema de cimentação adesiva, optou-se pelo ensaio de microtração. Os blocos cerâmicos foram seccionados e sinterizados seguindo o tópico 4.1.1, gerando 5 blocos do

grupo controle (IPS e.max CAD) e 15 blocos de cada material experimental (dissilicato de lítio e metassilicato de lítio).

Os tratamentos de superfície seguiram as instruções descritas no tópico 4.1.2. O grupo controle teve seus 5 blocos tratados seguindo as instruções do fabricante e os 15 blocos de cada grupo experimental foram divididos entre os 3 tratamentos de superfície propostos, gerando assim 5 blocos de cada material para cada um dos tratamentos. Para facilitar a compreensão, os grupos foram divididos de acordo com o tratamento de superfície utilizado, seguindo a tabela 3:

Grupos	Material e condicionamento de superfície
C+	IPS e.max CAD condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos
D20	Dissilicato de lítio experimental condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos
D60	Dissilicato de lítio experimental condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 60 segundos
DJ	Dissilicato de lítio experimental jateado com partículas de óxido de alumínio
M20	Metassilicato de lítio experimental condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos
M60	Metassilicato de lítio experimental condicionado com ácido hidrofúorídrico 10% por 60 segundos
MJ	Metassilicato de lítio experimental jateado com partículas de óxido de alumínio

Tabela 3 – Grupos testados

Blocos de resina composta (Z100 – Restaurador Universal, 3M-Espe, St. Paul, MN, EUA) com as mesmas dimensões dos blocos cerâmicos (6,0 x 6,0 x 5,0 mm) foram confeccionados a partir de uma matriz de silicone. Incrementos de 1,5 mm foram inseridos sequencialmente no interior da matriz e fotopolimerizados por 40s (UltraBlue IS 600 mW, DMC Equipamentos, São Carlos, SP, Brasil). A superfície selecionada para cimentação foi regularizada com lixas abrasivas de granulação 320 e 600 em poltriz metalográfica de baixa velocidade. Posteriormente, os blocos

foram armazenados em água destilada em uma estufa a 36°C por 24 horas antes dos procedimentos de cimentação.

Previamente, realizou-se a cimentação. Foi aplicado por 30 segundos o agente silano (RelyX Agente Silano, 3M-Espe, St. Paul, MN, EUA) sobre a superfície tratada dos blocos cerâmicos. O cimento resinoso RelyX ARC (3M-Espe, St. Paul, MN, EUA) foi manipulado seguindo as instruções do fabricante e aplicado sobre a superfície. Em seguida, o bloco de resina composta foi acomodado sobre este. O conjunto foi levado a um dispositivo para a padronização da cimentação com peso de 600g (figura 2). Os excessos de cimento foram removidos e a fotopolimerização foi feita por 40 segundos em cada face do conjunto. Os espécimes foram então armazenados em água destilada em uma estufa a 36°C por 24 horas.

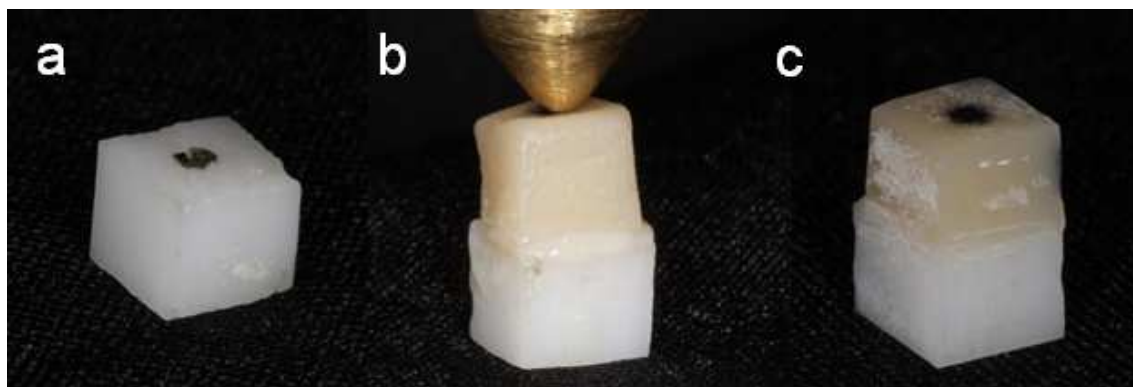


Figura 2 - a) bloco cerâmico, b) padronização da cimentação, c) espécime finalizado.

Passadas as 24 horas, os espécimes foram removidos da estufa e secos. Cada espécime foi fixado com cola Araldite (Brascola) a um dispositivo cilíndrico metálico de base plana e adaptado à máquina de corte (Isomet Low Speed Saw, Buehler) para ser seccionado com disco diamantado (Isomet Low Speed Saw, Buehler) sob refrigeração com água. Primeiramente, o seccionamento ocorreu perpendicular a uma das faces do espécime (figura 3). Cinco seccionamentos foram feitos nesse sentido, gerando 5 fatias de espessura média de 1 mm, que permaneceram presas à base do dispositivo pela ação retentiva da cola. A base metálica foi então girada em 90° e mais cinco seccionamentos foram realizados (figura 3), gerando assim espécimes em forma de palito, com 1mm² aproximadamente de área de secção transversal (figura 4). Os palitos das paredes externas dos espécimes foram descartados.



Figura 3 – a) corte com disco diamantado sob refrigeração, b) fatias na espessura de 1 mm em um sentido, c) cortes nos dois sentidos já realizados.

Cada conjunto cerâmica/resina gerou nove espécimes, totalizando 45 por grupo (5 blocos por grupo). Para o ensaio, 24 horas após os cortes, foram selecionados cinco espécimes de cada bloco.

4.2.2. ENSAIO DE MICROTRAÇÃO

Os ensaios de microtração foram realizados 24 horas após o seccionamento dos espécimes. A área da secção transversal na região da interface de união foi mensurada com auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo, São Paulo, Brasil). Cada um dos espécimes foi individualmente fixado com cola à base de cianocrilato às extremidades de um dispositivo especial para microtração montado à máquina de ensaios mecânicos (Kratos, Equipamentos Industriais) (Figura 4).

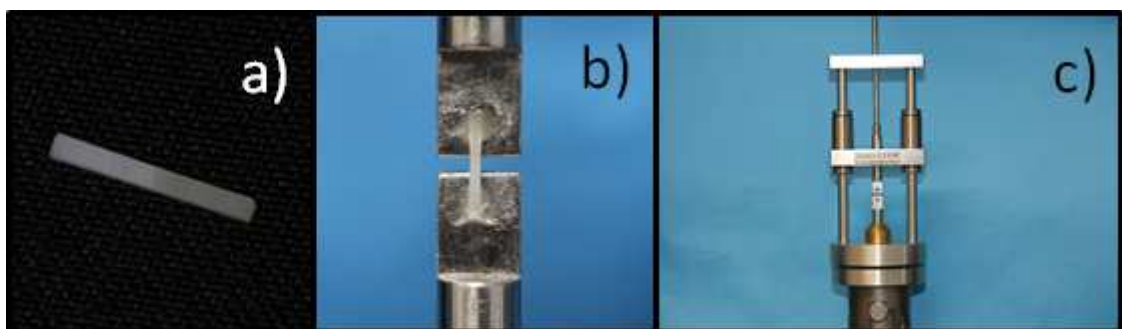


Figura 4 – a) espécime de microtração, b) espécime fixado ao dispositivo para microtração com cola à base de cianocrilato, c) dispositivo montado à máquina de ensaios mecânicos.

Os espécimes foram testados sob força de tração perpendicular à interface de união, utilizando-se de uma célula de carga de 50 N e velocidade de 0,5 mm/min até a ruptura do palito (figura 3). Após a ruptura, os espécimes foram removidos do dispositivo de ensaio com uma lâmina de bisturi número 11 e

armazenados para posterior análise fractográfica. A resistência mecânica à tração foi calculada em megapascal (MPa) por meio da fórmula $\bar{\sigma} = F/A$, sendo $\bar{\sigma}$ a resistência de união à microtração, F a força aplicada e A a área da secção transversal do espécime.

Os valores médios de resistência de união à tração foram tabulados através da média total de cada grupo e encaminhados para análise estatística.

4.2.3 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

Com o intuito de caracterizar o tipo de fratura que ocorreu em cada espécime, a superfície de cimentação de ambos os segmentos foi analisada com o estereomicroscópio digital (200x DINO-LITEplus dital microscope, AnMo Eletronics Corporation, Hsinchu, China). As fraturas foram classificadas em: adesiva em cerâmica (AC), coesiva em cerâmica (CC), coesiva em resina composta (CR) e mista (M), na qual ocorreu combinação de fratura adesiva e coesiva.

4.2.4 – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados dos testes mecânicos executados foram submetidos a tratamento estatístico para sua posterior discussão. O teste utilizado foi o de Análise de Variância a um critério (One-Way ANOVA), adotando nível de significância de $\alpha=5\%$, O teste de Bonferroni foi utilizado para comparações múltiplas.

5 Resultados

5 RESULTADOS

5.1. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As imagens de MEV demonstraram haver diferença não só nos padrões morfológicos da microestrutura dos materiais analisados, mas também diferenças quanto ao tipo de tratamento de superfície utilizado.

5.1.1 IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) (figura 5)

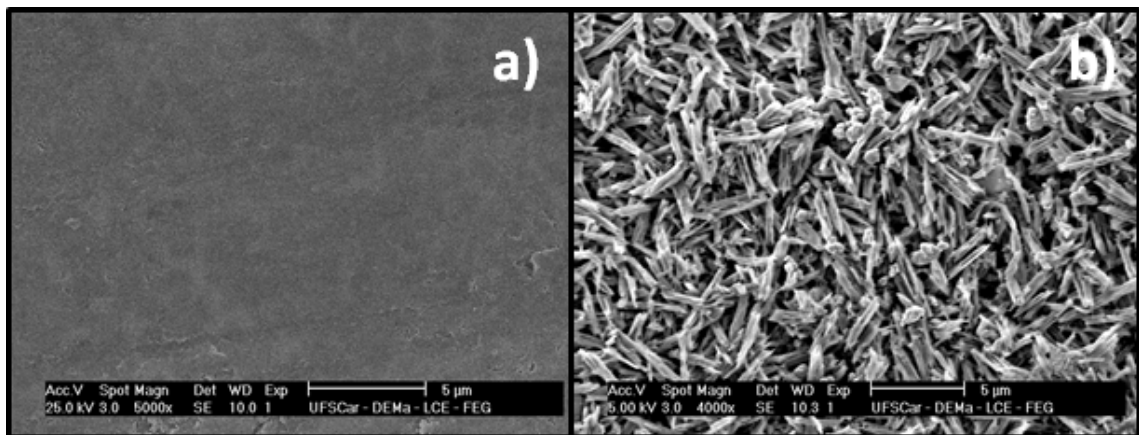


Figura 5 - Imagem de MEV de espécimes do material comercial IPS E.max CAD, a) sem tratamento de superfície, b) ácido HF 10% por 20 segundos.

5.1.2 Dissilicato de Lítio (experimental) (figura 6)

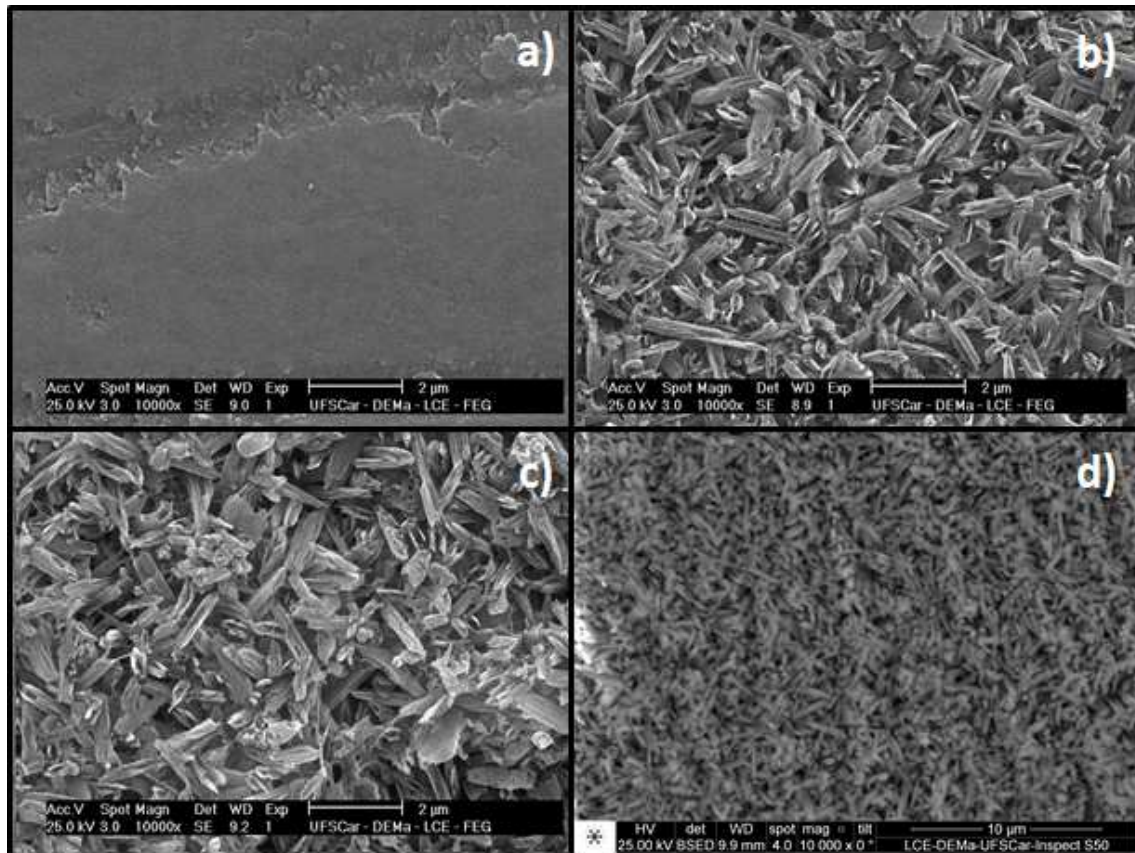


Figura 6 - Imagem de MEV de espécimes da cerâmica experimental à base de dissilicato de lítio, a) sem tratamento de superfície, b) ácido HF 10% por 20 segundos, c) ácido HF 10% por 60 segundos, d) jateado com partículas de Al_2O_3 .

5.1.3 Metassilicato de Lítio (experimental) (figura 7)

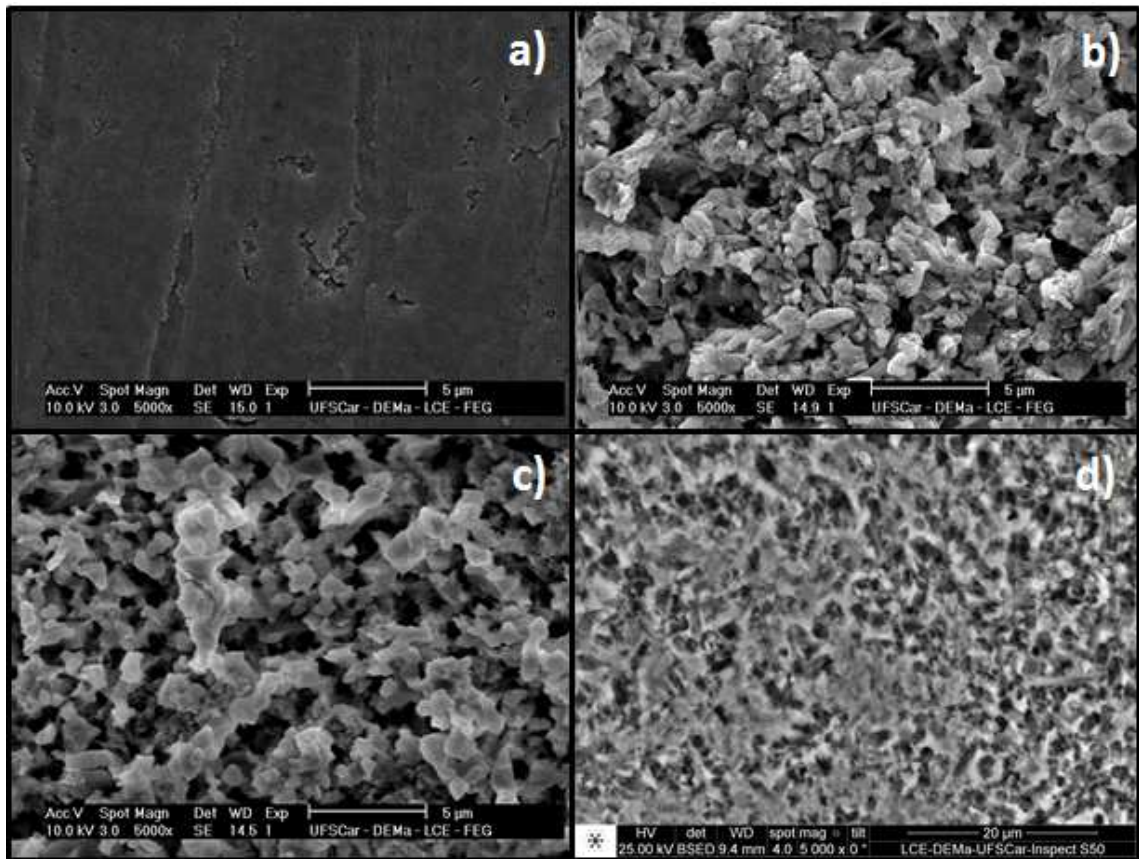


Figura 7 - Imagem de MEV de espécimes da cerâmica experimental à base de metassilicato de lítio, a) sem tratamento de superfície, b) ácido HF 10% por 20 segundos, c) ácido HF 10% por 60 segundos, d) jateado com partículas de Al₂O₃.

5.2. ENSAIO DE MICROTRAÇÃO

A influência dos dois diferentes materiais experimentais testados e dos três tratamentos de superfície sobre a tensão de ruptura no ensaio de microtração constitui as seis condições experimentais estudadas.

A estatística descritiva é apresentada na Tabela 4 e representada com o gráfico de colunas (Gráfico 1) a seguir.

Tratamento	Condicionamento ácido por 20s	Condicionamento ácido por 60s	Jateamento com Al ₂ O ₃
Dissilicato de Lítio	27,58 ± 8,54	24,39 ± 8,38	25,71 ± 7,92
Metassilicato de Lítio	18,86 ± 7,13	37,07 ± 14,55	23,67 ± 9,90
Controle	25,10 ± 6,88		

Tabela 4 – Média (± desvio padrão) dos dados de resistência à microtração para os diferentes materiais cerâmicos experimentais, o material comercial (controle) e as duas condições de tratamentos de superfície (MPa).

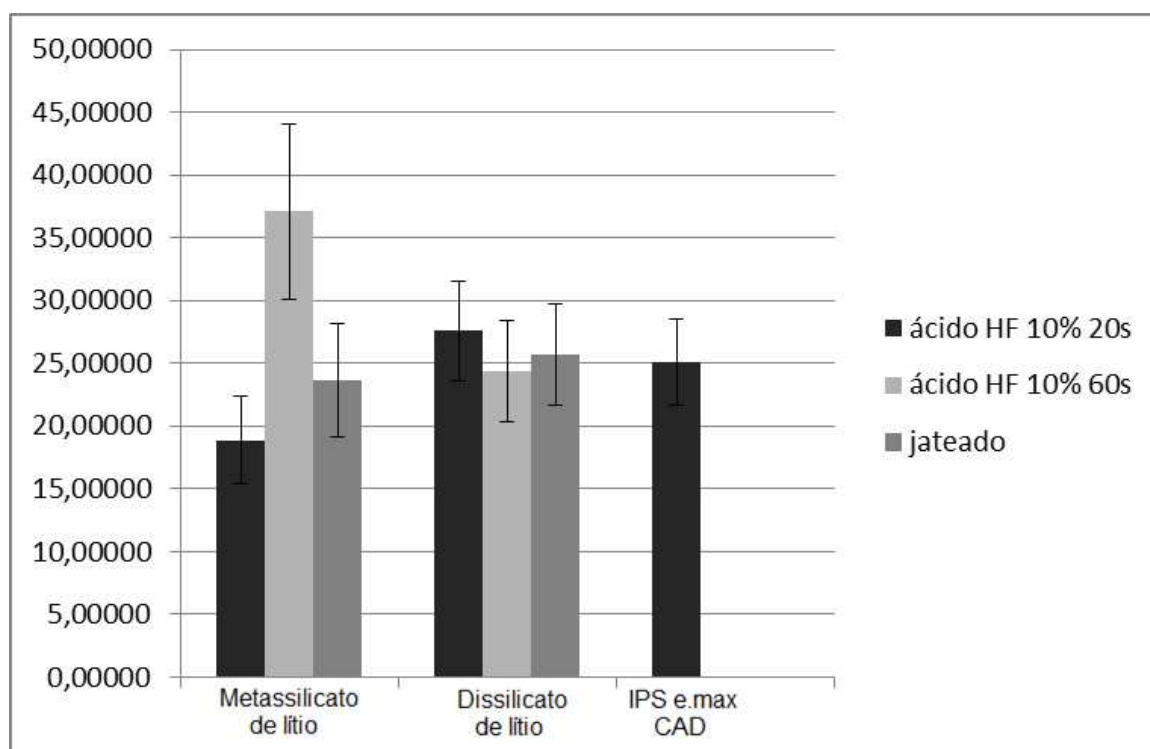


Gráfico 1 – Representação gráfica das médias e desvios-padrão dos dados de resistência obtidos no ensaio de microtração para as condições experimentais.

O teste ANOVA a um critério demonstrou diferenças significativas para os dois fatores avaliados (Tabela 5). Desta maneira, pode-se observar que ocorreu diferença nos valores de resistência entre os materiais e os tratamentos de superfície, e portanto ambas hipóteses não foram aceitas. O teste de Bonferroni foi utilizado para avaliar se houve diferença estatística entre os grupos experimentais e o grupo controle, dados esses representados na tabela 6.

Fonte de Variação	DF	SS	MS	F	P
Entre Grupos	6	3681.73	613.62	6.99	<0.001
Residual	130	11409.17	87.76		
Total	136	15090.89			

*Teste de normalidade: Aprovado (P = 0.641)
 **Poder do teste (alpha = 0.050): 0,99

Tabela 5: Resultado do teste de Análise de Variância a um critério (One-way ANOVA) (nível de significância de $\alpha=5\%$) para os fatores testados

Teste de Bonferroni, alpha = ,05000		
Grupo	Mpa (Média)	
C +	25.10 ± 6,88	A
D20	27.58 ± 8,54	A
D60	24.39 ± 8,38	A
DJ	25.71 ± 7,92	A
M20	18.86 ± 7,13	A
M60	37.07 ± 14,55	B
MJ	23.67 ± 9,90	A

* Letras diferentes apontam diferença significativa entre os grupos.

Tabela 6: Comparação entre as médias da resistência no ensaio de microtração.

5.2.1. ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

Os espécimes do presente estudo apresentaram predominantemente falhas adesivas à cerâmica, tipo de falha esta que mostra com mais exatidão a real resistência de união da cerâmica ao cimento utilizado. Imagens de cada tipo de fratura foram capturadas com o estereomicroscópio digital (200x DINO-LITEplus dital microscope, AnMo Eletronics Corporation, Hsinchu, China) e exemplificadas na figura 8. As classificações das fraturas para todos os grupos podem ser visualizadas na tabela 7.

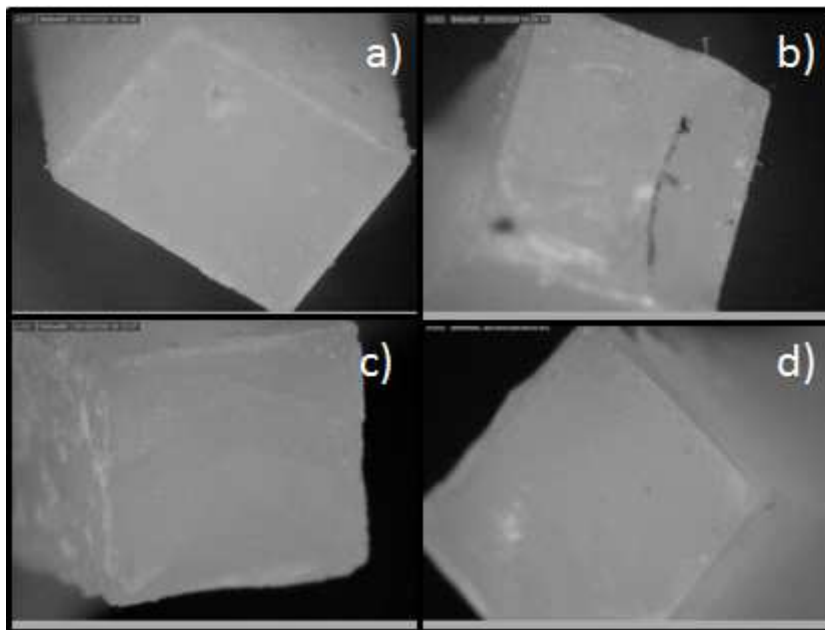


Figura 8 – Tipos de fratura a) adesiva em cerâmica grupo M60, b) mista grupo controle, c) coesiva em cerâmica grupo D20 e d) coesiva em resina grupo M60.

Grupo	AC	CC	CR	M
D20	70,7	5,8	0	23,5
D60	70	0		30
DJ	54,5	18,2	0	27,3
M20	30	5		65
M60	65	0	20	15
MJ	50	0	0	50
C	36,7	15,9	36,7	10,7

Tabela 7 – Classificações de fratura e as porcentagens para cada grupo, sendo: Adesiva em cerâmica (AC), coesiva em cerâmica (CC), coesiva em resina (CR) e mista (M), combinação de fratura adesiva e coesiva.

6 Discussão

6 DISCUSSÃO

A análise estatística dos resultados demonstrou que ambos fatores avaliados no presente estudo (diferentes materiais e diferentes tratamentos de superfície) influenciaram nos resultados de resistência de união. Portanto ambas hipóteses nulas não foram aceitas.

Observa-se que, para o material experimental à base de dissilicato de lítio, não ocorreu diferença estatística entre seus diferentes tratamentos de superfície, o que demonstra que não há diferença na adesividade do material em relação aos diversos tratamentos de superfície propostos.

Para o material experimental à base de metassilicato de lítio, não ocorreu diferença estatística entre os tratamentos de superfície de condicionamento ácido com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 segundos e jateamento com óxido de alumínio. Porém, o tratamento de superfície com ácido hidrofúorídrico 10% por 60 segundos apresentou valor de resistência à microtração (37,078MPa) estatisticamente superior aos demais, o que leva à não aceitação da hipótese nula de que não há diferença na adesividade do material em relação aos tratamentos de superfície propostos.

Quando comparamos a resistência à microtração do grupo controle (e.max CAD – Ivoclar Vivadent) com o material experimental à base de dissilicato de lítio, não ocorre diferença estatística nos resultados obtidos. No entanto, o material à base de metassilicato de lítio, quando tratado com ácido hidrofúorídrico por 60 segundos, apresenta resultados de resistência de união (37,078MPa) estatisticamente superiores ao grupo controle (e.max CAD – Ivoclar Vivadent) e também aos demais grupos do material experimental reforçado por dissilicato de lítio; o que leva à não aceitação da hipótese nula de que não há diferença na adesividade entre os materiais.

Baseando-se na literatura existente, a forte resistência entre a restauração cerâmica e a estrutura dentária proporciona um bom suporte à restauração e transmite as cargas funcionais pela interface adesiva (ATTIA; KERN, 2004). A resistência de união interfacial depende do tratamento de superfície e composição química do sistema adesivo selecionado (ABOUSHLIB; SLEEM, 2014). As cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio podem ser cimentadas adesivamente ou convencionalmente. Para uma adesão durável, um pré-requisito do

fabricante é o condicionamento com ácido hidrófluorídrico, seguido da aplicação de silano à superfície da cerâmica e de um adesivo compatível com o cimento e com a dentina (OHYAMA; YOSHINARI et al., 1999; OH; DONG et al., 2000; MAROCHO; OZCAN et al., 2013).

No presente estudo, o sistema utilizado para cimentação adesiva foi o cimento resinoso adesivo dual RelyX ARC (3M ESPE), associado ao Agente Silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE). Optou-se pela utilização desse sistema, devido ao seu desempenho superior em relação ao cimento recomendado pelo fabricante do IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent), o Variolink II (Ivoclar Vivadent), em ensaios que avaliaram resistência de união (PIWOWARCZYK; LAUER et al., 2004; KUMBULOGLU; LASSILA et al., 2005; LAMBADE; GUNDAWAR et al., 2015).

O sucesso na cimentação de restaurações cerâmicas está diretamente associado à interação físico-química entre a interface do material e o cimento. O tratamento desta superfície faz-se essencial para tal interação, sendo que a topografia da superfície do substrato representa importante fator para a interligação física do cimento com a cerâmica. Tais alterações na topografia da superfície cerâmica podem ser obtidas de diversas maneiras, sendo que as mais utilizadas são o condicionamento com ácido hidrófluorídrico e o jateamento com partículas de óxido de alumínio. Um aumento na energia de superfície associada à modificação em sua topografia leva a uma interação mais intensa com o cimento, aumentando assim a resistência de união (DELLA-BONA, 2005).

Quando se expõe a superfície de uma vitrocerâmica reforçada por dissilicato de lítio ao ácido hidrófluorídrico 10%, ocorre uma interação deste com a matriz vítrea, dissolvendo-a, criando irregularidades na superfície aonde o cimento posteriormente vai se interligar, o que aumenta a retenção mecânica, a área de superfície e conseqüentemente, a resistência de união (BRUM; MAZUR et al., 2011; KALAVACHARLA; LAWSON et al., 2014). No presente estudo, foram realizadas análises em microscópio eletrônico de varredura para se avaliar as modificações morfológicas na superfície dos materiais experimentais e comercial. Em diversos estudos a microestrutura do dissilicato de lítio (IPS e.max) foi analisada, e sua estrutura cristalina apresenta cristais de dimensões alongadas, em forma de agulhas, de aproximadamente 5µm de comprimento por 0,8µm de diâmetro em média (HOLAND; SCHWEIGER et al., 2000; GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011; KALAVACHARLA; LAWSON et al., 2014). Aboushelib e Sleem ainda observaram

que tais dimensões e a distribuição aleatória, com pequenas interligações dos cristais, impedem a propagação de trincas e aumentam substancialmente a resistência flexural (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014).

Nas imagens de MEV deste estudo, a cerâmica experimental reforçada por dissilicato de lítio apresenta uma microestrutura cristalina muito parecida com a do material similar comercial IPS e.max CAD, em forma e tamanho de cristais, muito semelhantes também às imagens analisadas em outros estudos (HOLAND; SCHWEIGER et al., 2000; POLLINGTON; FABIANELLI et al., 2010; GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011). No entanto, nas imagens de MEV do material experimental à base de metassilicato de lítio, a microestrutura cristalina apresenta morfologia diferente da observada no grupo controle (IPS e.max CAD) e em outros estudos que analisaram cerâmicas à base de dissilicato de lítio (HOLAND; SCHWEIGER et al., 2000; POLLINGTON; FABIANELLI et al., 2010; GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011). Isso se deve à diferente composição dos cristais, que durante sua cristalização, adquire a forma estrutural de placas e não de agulhas, como o dissilicato de lítio. Deste modo, após a remoção da matriz vítrea com o tratamento ácido, observa-se uma estrutura de favos de mel, semelhante à apresentada pelas cerâmicas reforçadas por leucita.

Ambos os materiais experimentais analisados em MEV demonstraram ser ácido sensíveis. Suas microestruturas cristalinas foram expostas quando foi aplicado o ácido hidrofúorídrico em suas superfícies, assim como no grupo controle e em alguns estudos recentes. (HOLAND; SCHWEIGER et al., 2000; GUESS; SCHULTHEIS et al., 2011; KALAVACHARLA; LAWSON et al., 2014). Em 2014, Aboushelib e Sleem observaram que, com o condicionamento por 20 segundos, são geradas irregularidades amplas na superfície da cerâmica, com a formação de fendas, que também foram observadas nas imagens dos materiais experimentais deste estudo (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014). No mesmo ano, Kalavacharla, Lawson et al. observaram um aumento na exposição de cristais na superfície quando se aumentava o tempo de condicionamento ácido de 20 para 60 segundos (KALAVACHARLA; LAWSON et al., 2014), aumento esse que também pode ser observado no presente estudo.

Um espécime de cada um dos materiais experimentais teve sua superfície jateada com óxido de alumínio. Em 2003, utilizando um microscópio eletrônico, Spohr, Sobrinho et al. analisaram a superfície do IPS Empress II, jateada com

partículas de óxido de alumínio de 50 e 100 μm , e os resultados mostraram que a superfície jateada com partículas de 100 μm não obteve caracterização suficiente, enquanto as superfícies nas quais se aplicaram as partículas de 50 μm , assim como no presente estudo, obtiveram uma caracterização mais adequada (SPOHR; SOBRINHO et al., 2003). Kern e Thompson ainda observaram que, ao final dos procedimentos de jateamento, ocorre uma grande perda de estrutura nas cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio, 36 vezes maior que no In Ceram (VITA Zahnfabrik) (KERN; THOMPSON, 1994). Outros estudos reportaram que os métodos de tratamento químico e mecânico podem ser usados em conjunto (KERN; THOMPSON 1994; FRADEANI, 1998; PEUMANS; VAN MEERBEEK et al., 2000).

Desenvolvido em 1994, o ensaio de microtração é uma tentativa de eliminar a distribuição de stress não uniforme sobre a zona de adesão (SANO; SHONO et al., 1994). A pequena interface de cimentação do espécime, com aproximadamente 1 mm^2 , propicia uma maior uniformidade na distribuição do stress durante a carga e uma predominância de falhas na interface adesiva (PASHLEY; CARVALHO et al., 1999; DELLA BONA; ANUSAVICE et al., 2003; EL ZOHAIRY; DE GEE et al., 2004), o que também auxilia na identificação do elo mais fraco do sistema pela posição da falha, permitindo modificações relevantes do complexo adesivo; por outro lado, os procedimentos para o teste de microtração são difíceis de conduzir, pois o tempo consumido e a alta sensibilidade da técnica para confecção dos espécimes pode resultar em uma falha prematura (HOOSHMAND; VAN NOORT et al., 2002).

Zogheib, Bona et al. afirmam que o condicionamento ácido com ácido hidrofluorídrico por mais de 20 segundos, em cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio, pode reduzir sua resistência flexural e modificar a rugosidade de sua superfície (ZOGHEIB; BONA et al., 2011). No presente estudo, nos grupos compostos pelo material cerâmico reforçado por dissilicato de lítio, não ocorreu diferença estatística entre os diferentes tratamentos de superfície (20, 60 segundos e jateamento), Kalavacharla, Lawson et al. compararam o condicionamento ácido por 20 e 60 segundos e observaram uma melhor adesão no grupo condicionado por 60 segundos. Tal resultado foi atribuído à dissolução mais profunda do vidro na superfície dos espécimes desse último grupo, gerando maior irregularidade para a adesão do cimento, porém tais resultados ocorreram nos grupos em que não houve

a aplicação de silano nos espécimes pós-tratamento de superfície (KALAVACHARLA; LAWSON et al. 2014).

No mesmo estudo, quando o silano foi utilizado, os espécimes condicionados por 20 segundos demonstraram resistência de união superior aos condicionados por 60 segundos (KALAVACHARLA; LAWSON et al., 2014). Isso se deve ao fato de o ácido hidrofúorídrico dissolver a matriz vítrea presente na superfície, matriz essa rica em sílica, a qual faz ligação química com as moléculas do silano, que se liga quimicamente ao cimento resinoso. Assim, mesmo apresentando maior superfície para aderência do cimento, a redução da sílica na superfície diminui a resistência de união (NAGAI; KAWAMOTO et al., 2005). Kato, Matsumura et al. compararam o jateamento com diferentes agentes condicionantes ácidos e verificaram que o ácidos hidrofúorídrico e sulfúrico propiciam as mais altas e duráveis forças de união (KATO; MATSUMURA et al., 2000).

Mesmo quando comparamos a resistência de união dos grupos experimentais de dissilicato de lítio em relação ao grupo controle, também não ocorre diferença estatística. Isso pode ser associado à microestrutura do material, observada nos MEVs, muito parecida ao comercial utilizado no grupo controle. Pollington, Fabianelli et al., também trabalhando com ensaios de microtração, compararam espécimes de dissilicato de lítio tratados com ácido hidrofúorídrico por 60 segundos e espécimes jateados com óxido de alumínio, e obtiveram os resultados de resistência de união respectivamente de 24.76MPa e 18.58MPa (POLLINGTON; FABIANELLI et al., 2010), enquanto no presente estudo o dissilicato de lítio experimental tratado por 20 segundos apresentou resultado de resistência de união de 27,58 MPa e o jateado de 25,71MPa,.

A Ivoclar Vivadent, fabricante das cerâmicas comerciais à base de dissilicato de lítio, recomenda o condicionamento de superfície por 20 segundos em seus materiais. Em 2014, também utilizando ensaios de microtração, Aboushelib e Sleem, obtiveram 21,5MPa para o IPS Empress II (Ivoclar Vivadent) e 25.8 MPa para o IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) (ABOUSHLIB; SLEEM, 2014), diante dos 25.1MPa obtidos no presente estudo, enquanto Guarda, Correr et al. chegaram a valores de 35MPa de resistência de união para o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) (GUARDA; CORRER et al., 2013).

Muitos autores (DELLA BONA; ANUSAVICE et al., 2000; FILHO; VIEIRA et al., 2004; NAGAI; KAWAMOTO et al., 2005; PANAHA; REZAI et al., 2008; BRUM;

MAZUR et al. 2011) avaliaram a resistência de união entre as vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio, resinas compostas e cimentos resinosos, utilizando ensaios mecânicos de microtração, tração, cisalhamento e microcisalhamento, concluindo que a combinação do tratamento com ácido hidrófluorídrico e o agente de união silano proporcionam melhor resistência de união.

Os espécimes da vitrocerâmica reforçada por metassilicato de lítio obtiveram resultados distintos de um estudo que analisou a adesão de cerâmicas base de dissilicato de lítio em 2014 (KALAVACHARLA; LAWSON et al., 2014). Os espécimes condicionados por 20 segundos (18,86MPa) apresentaram resultado de resistência de união estatisticamente inferior ao condicionado por 60 segundos (37,08MPa) e ao grupo controle. Uma hipótese para esses baixos valores no grupo M20 poderia ser associada à alta taxa de falhas adesivas em resina composta apresentadas nesse grupo.

O grupo MJ, que passou por jateamento de partículas de óxido de alumínio, obteve resultados de resistência de união também estatisticamente compatíveis com os resultados do grupo controle, 23,67MPa e 25,10MPa, respectivamente. Esse fato pode ser atribuído à modificação na topografia da superfície da cerâmica causada pelas partículas de óxido de alumínio quando se chocam contra a superfície sob alta pressão. O valor de resistência de união obtido, 23,67MPa, aproxima-se muito do valor obtido por Guarda, Correr et al, em que também em ensaios de microtração obtiveram resultados de 26.9MPa, utilizando o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) jateado com partículas de óxido de alumínio de 50µm (GUARDA; CORRER et al., 2013).

Entretanto, a vitrocerâmica reforçada por metassilicato de lítio, quando tratada por 60 segundos com ácido hidrófluorídrico, apresentou resultados estatisticamente superiores (37,08MPa) em relação a todos os grupos do presente estudo. Pollington Fabianelli et al. obtiveram resultados satisfatórios tratando cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio por 60 segundos (24.76MPa) (POLLINGTON; FABIANELLI et al., 2010), porém inferiores aos 37,08MPa obtidos nesse grupo. Tais resultados também são estatisticamente superiores ao grupo controle IPS e.max CAD (25,10MPa), material esse que também teve sua adesão avaliada através de ensaios de microtração em um estudo de 2014, no qual obtiveram-se resultados de 25,8MPa, e 21,5MPa para o IPS Empress II, igualmente reforçado por dissilicato de lítio (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014).

O grupo M60 obteve resultados superiores aos obtidos por Guarda, Correr et al., que utilizaram o IPS e.max Press e obtiveram 35MPa de resistência de união, também fazendo uso de ensaios de microtração (GUARDA; CORRER et al., 2013). Tais resultados podem ser explicados pela baixa dissolução da matriz vítrea na superfície do metassilicato de lítio quando tratado por 20 segundos com ácido hidrófluorídrico e pela microestrutura em forma de placas, mais ampla que os finos cristais do dissilicato de lítio, que dificultam a penetração do ácido. Quando o tempo de exposição é aumentado para 60 segundos, o ácido pode penetrar mais profundamente na superfície da cerâmica, possibilitando assim a criação das irregularidades necessárias para a adesão do cimento.

As cerâmicas experimentais testadas ainda não apresentam apoio em literatura de sua utilização em restaurações odontológicas, por isso é necessário um maior entendimento de suas propriedades mecânicas. Mais análises devem ser feitas para sua utilização comercial.

7 Conclusões

7 CONCLUSÕES

Levando-se em consideração os dados obtidos na presente pesquisa, entendemos que:

I - há diferença na adesividade dos materiais experimentais em relação aos diferentes tratamentos de superfície propostos,

II - há diferença na adesividade dos diferentes materiais experimentais em relação ao material comercial.

Baseado nesses achados, é possível sugerir que o grupo M60 apresenta adesividade superior aos demais grupos pesquisados e que, não existe diferença na adesividade dos grupos experimentais quando comparados ao grupo controle, concluindo-se assim que os materiais experimentais testados apresentam características adequadas de adesão ao sistema de cimentação adesiva utilizado.

Referências

REFERÊNCIAS

- Aboushelib MN, Sleem D. Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives. *The Journal of Adhesive Dentistry*. 2014;16(6):547-52.
- Akgungor G, Akkayan B, Gaucher H. Influence of ceramic thickness and polymerization mode of a resin luting agent on early bond strength and durability with a lithium disilicate-based ceramic system. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2005;94(3):234-41.
- Attia A, Kern M. Influence of cyclic loading and luting agents on the fracture load of two all-ceramic crown systems. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2004;92(6):551-6.
- Beier US, Kapferer I, Burtscher D, Dumfahrt H. Clinical performance of porcelain laminate veneers for up to 20 years. *The International Journal of Prosthodontics*. 2012;25(1):79-85.
- Brum R, Mazur R, Almeida J, Borges G, Caldas D. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Operative dentistry*. 2011;36(5):478-85.
- 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.
- Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. *Operative Dentistry*. 1998;23(5):250-7.
- Chen YM, Smales RJ, Yip KH, Sung WJ. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(11):1506-11.
- Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ, Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2003;19(8):693-9.
- Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *The journal of Adhesive Dentistry*. 2000;2(4):305-13.
- Della-Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *Journal of Applied Oral Science : revista FOB*. 2005;13(2):101-9.
- Denry I, Holloway JA. Ceramics for Dental Applications: A Review. *Materials (1996-1944)*. 2010;3(1):351-68.

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.

El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2004;20(8):778-87.

El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2010;26(9):848-54.

Ergun G, Cekic I, Lassila LV, Vallittu PK. Bonding of lithium-disilicate ceramic to enamel and dentin using orthotropic fiber-reinforced composite at the interface. *Acta Odontologica Scandinavica*. 2006;64(5):293-9.

Filho AM, Vieira LC, Araujo E, Monteiro Junior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *Journal of Prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists*. 2004;13(1):28-35.

Fradeani M. Six-year follow-up with Empress veneers. *The International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*. 1998;18(3):216-25.

Gehrt M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff D. Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service. *Clinical Oral Investigations*. 2013;17(1):275-84.

Guarda GB, Correr AB, Goncalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, et al. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Operative Dentistry*. 2013;38(2):208-17.

Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NR. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dental Clinics of North America*. 2011;55(2):333-52, ix.

Holand W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *Journal of Biomedical Materials Research*. 2000;53(4):297-303.

Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2002;18(2):179-88.

Kalavacharla V, Lawson N, Ramp L, Burgess J. Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. *Operative dentistry*. 2014.

-
- Kato H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2000;27(2):103-10.
- Kelly JR. Dental ceramics: what is this stuff anyway? *Journal of the American Dental Association*. 2008;139 Suppl:4S-7S.
- Kern M, Sasse M, Wolfart S. Ten-year outcome of three-unit fixed dental prostheses made from monolithic lithium disilicate ceramic. *Journal of the American Dental Association*. 2012;143(3):234-40.
- Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1994;71(5):453-61.
- Kim MJ, Oh SH, Kim JH, Ju SW, Seo DG, Jun SH, et al. Wear evaluation of the human enamel opposing different Y-TZP dental ceramics and other porcelains. *Journal of Dentistry*. 2012;40(11):979-88.
- Klosa K, Boesch I, Kern M. Long-term bond of glass ceramic and resin cement: evaluation of titanium tetrafluoride as an alternative etching agent for lithium disilicate ceramics. *The Journal of Adhesive Dentistry*. 2013;15(4):377-83.
- Klosa K, Wolfart S, Lehmann F, Wenz HJ, Kern M. The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *The journal of Adhesive Dentistry*. 2009;11(2):127-35.
- Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Toksavul S, Vallittu PK. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2005;32(2):128-33.
- 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 : JCDR*. 2015;9(2):ZC01-5.
- Layton DM, Clarke M. A systematic review and meta-analysis of the survival of non-feldspathic porcelain veneers over 5 and 10 years. *The International Journal of Prosthodontics*. 2013;26(2):111-24.
- Marocho SM, Ozcan M, Amaral R, Bottino MA, Valandro LF. Effect of resin cement type on the microtensile bond strength to lithium disilicate ceramic and dentin using different test assemblies. *The journal of Adhesive Dentistry*. 2013;15(4):361-8.
- McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J*. 1965;119(6):251-67.
- Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2005;32(8):598-605.

Napankangas R, Raustia A. An 18-year retrospective analysis of treatment outcomes with metal-ceramic fixed partial dentures. *The International Journal of Prosthodontics*. 2011;24(4):314-9.

Oh SC, Dong JK, Luthy H, Scharer P. Strength and microstructure of IPS Empress 2 glass-ceramic after different treatments. *The International Journal of Prosthodontics*. 2000;13(6):468-72.

Ohyama T, Yoshinari M, Oda Y. Effects of cyclic loading on the strength of all-ceramic materials. *The International Journal of Prosthodontics*. 1999;12(1):28-37.

Panah FG, Rezai SM, Ahmadian L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. *Journal of Prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists*. 2008;17(5):409-14.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *The journal of Adhesive Dentistry*. 1999;1(4):299-309.

Pekkan G, Pekkan K, Hatipoglu MG, Tuna SH. Comparative radiopacity of ceramics and metals with human and bovine dental tissues. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2011;106(2):109-17.

Pereira CN, Buono VT, Mota JM. The influence of silane evaporation procedures on microtensile bond strength between a dental ceramic and a resin cement. *Indian Journal of Dental Research : official publication of Indian Society for Dental Research*. 2010;21(2):238-43.

Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *Journal of Dentistry*. 2000;28(3):163-77.

Peumans M, Voet M, De Munck J, Van Landuyt K, Van Ende A, Van Meerbeek B. Four-year clinical evaluation of a self-adhesive luting agent for ceramic inlays. *Clinical Oral Investigations*. 2013;17(3):739-50.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 1998;14(2):120-8.

Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2014;112(1):22-30.

Piowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2004;92(3):265-73.

Pollington S, Fabianelli A, van Noort R. Microtensile bond strength of a resin cement to a novel fluorocanite glass-ceramic following different surface treatments. *Dental Materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2010;26(9):864-72.

Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2001;86(5):520-5.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2004;92(6):557-62.

Ribeiro JG, Segalla JC, Perez F, Ribeiro JC, Moyses MR. Effect of ceramic surface treatment on the shear bond strength of a resin cement to different ceramic systems. *General Dentistry*. 2012;60(5):e315-20.

Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *The International Journal of Prosthodontics*. 2007;20(4):383-8.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental Materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 1994;10(4):236-40.

Sola-Ruiz MF, Lagos-Flores E, Roman-Rodriguez JL, Highsmith Jdel R, Fons-Font A, Granell-Ruiz M. Survival rates of a lithium disilicate-based core ceramic for three-unit esthetic fixed partial dentures: a 10-year prospective study. *The International Journal of Prosthodontics*. 2013;26(2):175-80.

Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhorette MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *The International Journal of Prosthodontics*. 2003;16(3):277-82.

Yoshimura HN, Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda Jr WG. Relationship between elastic and mechanical properties of dental ceramics and their index of brittleness. *Ceramics International*. 2012;38(6):4715-22.

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