



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

GERALDO MARQUES MIRANDA

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO EM CERÂMICA
FELDSPÁTICA SILANIZADA NA ADESÃO DO CIMENTO
RESINOSO**

2014

GERALDO MARQUES MIRANDA

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO EM CERÂMICA FELDSPÁTICA
SILANIZADA NA ADESÃO DO CIMENTO RESINOSO**

Dissertação apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós- Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área Dentística.

Orientador: Prof. Titular Clovis Pagani

São José dos Campos
2014

Apresentação gráfica e normatização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para
Normalização de Trabalhos Acadêmicos do ICT. Rev. São José dos
Campos: ICT/UNESP; 2014.

Miranda, Geraldo Marques

Efeito do tratamento térmico em cerâmica feldspáticas silanizada
na adesão do cimento resinoso. / Geraldo Marques Miranda. - São
José dos Campos : [s.n.], 2014.
54 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Instituto
de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ
Estadual Paulista, 2014.

Orientadora: Clovis Pagani.

1. Cerâmica feldspática. 2. Silano. 3. Ácido Fluorídrico. 4.
Tratamento de superfície. I. Pagani, Clovis, orient. II. Instituto
de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ
Estadual Paulista. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de
Mesquita Filho'. IV. UNESP - Univ Estadual Paulista. V. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Achille Bassi e Seção Técnica de Informática,
ICMC/USP com adaptações - STATi e STI do ICT/UNESP. Dados fornecidos pelo autor.

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer
meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 05 de agosto de 2014
E-mail: drgeraldomiranda@hotmail.com

Assinatura: _____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Titular Clovis Pagani (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Ricardo Amore

Faculdade de Odontologia
Universidade Anhanguera
Campus Vila Guilherme

Prof. Dr. Eduardo Bresciani

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 05 de agosto de 2014.

DEDICATÓRIA

A **Deus e Nossa Senhora de Aparecida** a quem meus pais me confiaram quando ainda era um bebê e que sempre me protegeram, me mostrando o caminho a seguir.

Ao meu melhor amigo, companheiro e marido, **Carlos Augusto de Souza**, por sempre apoiar minhas escolhas, pelas noites mal dormidas e por toda paciência que teve nestes anos de construção que passamos juntos e pelos que ainda virão. Esta dissertação com certeza tem muito de você. Te amo.

Aos meus pais, **Geraldo José de Freitas Miranda e Maria do Carmo Marques Miranda**, por me guiarem nesta vida, graças a seus valorosos ensinamentos e exemplo de vida que hoje posso alcançar meus sonhos. Obrigado por cada conselho, por limpar minhas feridas quando cai e por cada lágrima derramada em meus sorrisos em comemoração por cada conquista. Amo vocês e me espelho e cada exemplo que vocês me dão até hoje.

À minha irmã **Geisa Marques Miranda**, que sempre esteve ao meu lado mesmo que em momentos distantes, nosso elo é único e sempre estaremos juntos, nos apoiando. Saiba que te amo e pode sempre contar comigo.

Ao meu pequeno Sobrinho **Joaquim Miranda de Roncon**, que ainda tão novinho nos mostra novos significados da vida, que apesar de ainda não saber ler quero que saiba que seu dindo e tio lhe ama muito.

Aos meus tios **Ricardo, Lucianny, Luciano, Flávia, Fabio, Carla e Andrea** pela união de nossa família, vocês todos são exemplos pra mim.

Ao meu amigo **Clovis Pagani**, pelos conselhos, carinho, força e exemplo de vida. Realmente nunca saberemos se existe pai odontológico, mas a vida nos traz alguns pais postiços e isso resume o carinho e consideração que tenho por ti e que com certeza irão além dos muros desta faculdade. Obrigado por tudo.

Às minhas amigas **Carolina Martinelli e Viviane Figueiredo**, que me deram forças para continuar cada uma em momento muito difícil, a ajuda de vocês foi imprescindível para que este sonho fosse possível, muito obrigado por tudo, tenho certeza que nossa amizade irá durar por muitos anos.

Ao meu amigo **Dr. André Maia Tozi**, obrigado pela compreensão, paciência e orientação no mundo dos negócios, tenho certeza que nossa parceria será próspera e duradoura.

Aos colegas e funcionários da **Odontoclinic São Dimas**, Muito obrigado pela acolhida, cuidado, respeito e carinho, vocês são a melhor equipe que alguém poderia ter.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu professor e orientador **Prof. Titular Clovis Pagani**, pelos ensinamentos, não apenas odontológicos mas de vida, obrigado pelos ensinamentos transferidos.

Ao **Prof. Dr. Eduardo Bresciani**, que mesmo muito ocupado, sempre me acolheu em sua sala solicito em me ajudar, obrigado pela receptividade, ajuda e amizade. A bondade e amizade fazem parte do seu ser, tenha aqui a certeza da minha admiração.

Ao **Prof. Titular Marco Antônio Bottino**, pela atenção, dedicação e confiança depositados em mim, muito obrigado por me receber como a um orientado seu e por disponibilizar o laboratório e a equipe de prótese para execução do nosso projeto.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos - UNESP através do seu Diretor Prof. Adjunto **Carlos Augusto Pavanelli**.

Ao programa de Pós graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pela **Prof^a Tit. Marcia Carneiro Valera**.

A **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** e a **Fundação de Amparo a Pesquisa (FAPESP)** pelo apoio financeiro concedido (processo número 2012/10573-5).

Aos membros do **Conselho de Pós-Graduação: Prof^a Titular Marcia Carneiro Valera, Prof. Titular Marco Antonio Bottino, Prof. Adjunto Sergio Eduardo de Paiva Gonçalves, Prof. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges**.

Ao **Prof. Dr. Eduardo Bresciani** pela ajuda, disponibilidade, atenção e a pronta dedicação e contribuição para realização da análise estatística desse trabalho.

Ao **Prof^a. Rosilene Fernandes da Rocha ou Tia Rose**, quem me motivou antes mesmo de entrar na faculdade, que dentro destes muros me acolheu em sua sala e foi meu primeiro contato com o mundo científico, muito obrigado por fazer parte da minha história.

Aos **professores das disciplinas de Dentística e Oclusão e Escultura Dental: Alessandra Buhler Borges, Carlos Rocha Gomes Torres, César Rogério Pucci, Eduardo Bresciani, Jose Roberto Rodrigues, Maria Amelia Máximo de Araújo, Maria Filomena Rocha Lima Huhtala, Sergio Eduardo de Paiva Gonçalves e Taciana Marco Ferraz Caneppele**, pela ajuda e conhecimentos.

A **Josiana, Fernanda, Thais e Marco** pela ajuda, cuidado e preocupação que tiveram com nosso experimento nos laboratórios de pesquisa. Vocês são fundamentais para o sucesso de nossa pós-graduação.

Aos funcionários da secção de Pós-Graduação, **Rose, Ivan, Erena e Bruno.**

Aos meus colegas de Mestrado **Stella Esteves, Fernanda Feitosa, Erica Crastechini e Monique Maia.**

Aos demais colegas de Pós-Graduação em **Odontologia Restauradora**

“Deus nos concede, a cada dia, uma página de vida nova no livro do tempo. Aquilo que colocarmos nela, corre por nossa conta.”

Chico Xavier

SUMÁRIO

RESUMO	10
ABSTRACT	11
1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO DE LITERATURA	16
2.1 Adesividade – Microtração	16
2.2 Tratamento de superfície	23
3 PROPOSIÇÃO	31
4 MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1 Material	32
4.2 Metodologia	34
4.2.1 Obtenção dos corpos-de-prova (CP)	34
4.2.2 Tratamentos de superfície: Grupos experimentais	35
4.2.3 Cimentação	36
4.2.4 Ciclagem mecânica (CM).....	37
4.2.5 Obtenção dos palitos	38
4.2.6 Ensaio de microtração	39
4.2.7 Análise das superfícies fraturadas	40
4.2.8 Abordagem estatístico	40
5 RESULTADOS	41
6 DISCUSSÃO	45
7 CONCLUSÃO	50
8 REFERÊNCIAS	51

Miranda GM. Efeito do tratamento térmico em cerâmica feldspática silanizada na adesão ao cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2014.

RESUMO

Os tratamentos de superfície convencionais realizados em cerâmicas feldspáticas são o condicionamento com ácido fluorídrico e a aplicação do silano. Porém em inúmeros estudos o condicionamento ácido tem sido questionado por sua toxicidade química. Assim objetivou-se avaliar o efeito do tratamento térmico na cerâmica feldspática silanizada na adesão ao cimento resinoso. Por meio de um estudo *in vitro* foram seccionados 24 blocos de cerâmica feldspática sinterizada, com dimensões de 5 x 10 x 4 mm. Estes blocos foram divididos aleatoriamente em três grupos experimentais: G1 (HF + Silano); G2 (Silano + aquecimento 77 °C); G3 (HF+ Silano + aquecimento 77 °C). Os blocos cerâmicos foram cimentados a blocos de resina composta por meio de um cimento resinoso (Variolink, Ivoclar-Vivadent), posteriormente o conjunto foi cimentado a blocos idênticos de resina composta (Z-100, 3M-ESPE) e após a cimentação foram submetidos à ciclagem mecânica (10.000 ciclos 100 N). Após ciclagem foram seccionados em palitos de 1mm² e submetido ao teste microtração a velocidade de 1 mm/min. Todos os corpos de prova foram analisados em estereomicroscópio com 20 x, para classificação das fraturas e apenas as amostras significativas em microscópio eletrônico de varredura com magnitudes com de 100 x, 300 x e 500 x. Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística Anova um fator e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). A análise estatística demonstrou semelhança estatística ($p - \text{valor} = 0,33$) entre todos os grupos (G1 22,63 MPa^A; G2 23,31 MPa^A; G3 26,32 MPa^A). A análise de falhas demonstrou predominância de falhas adesivas para todos os grupos. Conclui-se que o aquecimento do silano é efetivo para esta interface sendo possível eliminar o condicionamento com HF (ácido fluorídrico).

Palavras-chave: Cerâmica feldspática. Silano. Ácido fluorídrico. Tratamento de superfície.

Miranda GM. *Effect of heat treatment in silanized feldspathic ceramic in the adhesion on the resin cement [dissertation]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2014.*

ABSTRACT

The conventional surface treatment performed on feldspathic ceramic is the fluoridric acid etching and silane application. But in several studies the etching has been questioned for its chemical toxicity. Thus this study aimed to evaluate the effect of heat treatment on silanized feldspathic ceramic bond strength to resin cement. Through an in vitro study 24 feldspathic ceramic sintered blocks were sectioned; 5 x 10 x 4 mm of dimensions. These blocks were randomly divided into three experimental groups: G1 (HF + silane) ; G2 (+ Silane heating 77 °C); (G3 + Silane + HF + heating 77 °C). The ceramic blocks were cemented with resin blocks composed of resinous cement (Variolink , Ivoclar Vivadent) , the set was later cemented identical blocks of composite resin (Z - 100 , 3M - ESPE) , after cementation were subjected to cycling mechanical (10,000 cycles 100 N). After cycling were sectioned into sticks of 1mm² and submitted to microtensile test with speed of 1 mm / min. Representative samples were analyzed with a stereomicroscope at 20 x and scanning electron microscope with magnitudes of 100 x, 300 x and 500 x. The results were statistically analyzed by ANOVA one factor and by Tukey test (α = 0.05). Statistical analysis showed (p - value = 0.33) statistical similarity between all groups (G1 22.63 mPa, mPa 23.31 G2, G3 26.32 mPa). The failure analysis showed predominance of adhesive failures for all groups. It can be concluded that heating the silane is effective for this interface it is possible to eliminate the etching with HF (Fluoridric acid).

Keywords: Feldspathic ceramic. Silane. Fluoridric acid. Surface treatment.

1 INTRODUÇÃO

É crescente a busca por estética e biocompatibilidade em odontologia, visando garantir a longevidade dos tratamentos reabilitadores. Propriedades mecânicas como resistência aos esforços mastigatórios, resistência ao desgaste, polimento superficial entre outros são requeridos para garantir a longevidade da restauração indireta.

Atualmente os materiais que preenchem a maior parte destes requisitos são as cerâmicas e seu primeiro relato documentado foi na França. Naquela época eram usados dentes esculpidos em marfim em próteses totais, contudo amarelavam com muita facilidade e possuíam pouca durabilidade. Posteriormente, Alexis Duchateau e Dubois de Chamant em 1774, desenvolveram a primeira prótese com dentes totalmente em porcelana. Apesar da aparência estética admirável, possuía baixa resistência o que acabou impossibilitando a sua utilização. Apenas em 1965 os pesquisadores ingleses McLean e Hughes incorporaram cristais de alumina e leucita à fase cristalina da cerâmica, caracterizando as chamadas cerâmicas feldspáticas.

Atualmente, os materiais cerâmicos apresentam propriedades satisfatórias para a utilização clínica apresentando boas qualidades biológicas, mecânicas e óticas, com destaque para as cerâmicas feldspáticas.

As cerâmicas feldspáticas são constituídas basicamente por feldspato de vidro e óxidos metálicos. E são comercialmente disponíveis em três formulações: pó e líquido, pastilhas para prensagem injetável e blocos para CAD/CAM (*computer aided design/computer aided manufacturing*). A vantagem das cerâmicas em

bloco é a homogeneidade do material apresentando menos defeitos e porosidades intrínsecas ao seu método de processamento.

Uma característica importante das cerâmicas feldspáticas é o fato de serem adesivo-dependentes, ou seja, seu desempenho clínico é dependente da qualidade da interface adesiva entre o remanescente dentário e a restauração (Sjogren et al., 1995; Amaral et al., 2006; Boushell, Ritter, 2009).

Os cimentos à base de resina composta proporcionam boa retenção, quando comparados a outros cimentos, tais como fosfato de zinco e cimento de ionômero de vidro convencional (Zidan, Ferguson, 2003). A composição básica dos agentes cimentantes resinosos é semelhante à das resinas compostas, ou seja, apresentam matriz orgânica e partículas inorgânicas (partículas de cargas), unidas por um agente silano.

Estudos sugerem que para evitar falhas na superfície de cimentação é importante que o método de condicionamento, tanto da superfície dentária quanto da cerâmica, seja seguro para reforçar essa área crítica (Della Bona et al., 2003; Valandro et al., 2006; Brentel et al., 2007; Passos et al., 2008).

Estudos como o de (Passos et al., 2008) adotam a seguinte sequência para tratamento da superfície cerâmica pré-cimentação:

- a) condicionamento com ácido fluorídrico (HF);
- b) aplicação do agente silano; c) aplicação do agente cimentante.

O condicionamento com HF ataca seletivamente a topografia da superfície da cerâmica feldspática, promovendo a formação de irregularidades na superfície pela dissolução seletiva da fase vítrea, representadas por poros microrretentivos, melhorando a resistência de

união. Contudo é tóxico aos tecidos dentais e seus resíduos são difíceis de serem eliminados o que a longo prazo prejudica a adesão, pois ataca o cimento na interface de união a cerâmica (Della Bona et al., 2003; Ozcan, Vallittu, 2003). O agente silano é responsável pela ligação entre a sílica contida na cerâmica e a matriz orgânica dos materiais resinosos (Della Bona et al., 2000; Hooshmand et al., 2001; Vanderlei et al., 2013), atuando como um importante agente de união.

Estudos comprovam que o aquecimento da superfície da cerâmica, após o processo de silanização, expõe as camadas mais reagentes do silano, promovendo uma união mais efetiva entre os substratos (De Carvalho et al., 2011; Cotes et al., 2013), no entanto o protocolo que determina melhores resultados de resistência de união ainda não foi estabelecido, sendo necessário mais estudos.

Para simular o envelhecimento dos corpos de prova, estudos utilizam ciclagem mecânica e ciclagem térmica (Wiskott et al., 1995; Saavedra et al., 2009). Estes testes são simulados que determinam o tempo de uso clínico. Os envelhecimentos laboratoriais são realizados para simular situações do uso do material *in vivo*, ou seja, em ambiente oral. A ciclagem mecânica, que tende a se aproximar das condições fisiológicas geradas pelo ciclo mastigatório (Itinche, 2004), foi demonstrado que 50 N aplicados em 1.200.000 ciclos, corresponde a aproximadamente 5 anos de utilização clínica (Rosentritt et al., 2008). A ciclagem térmica consiste em banhos de água com diferentes temperaturas durante vários ciclos (5°C e 55°C por 30 segundos), pode-se reproduzir uma situação que ocorre *in vivo* quando são ingeridos alimentos quentes e frios (Mair, Padipatvuthikul, 2010), reproduzindo anos de envelhecimento.

A cerâmica feldspática é um material de uso consagrado em odontologia e a melhora da resistência de união da cerâmica ao cimento resinoso é foco de muitos estudos. O condicionamento com o ácido fluorídrico, apesar de sua toxicidade, é a técnica mais aplicada

cl clinicamente, pois além de oferecer excelente custo benefício para o profissional apresenta bons resultados de adesão em laboratório. Poucos estudos exploram a possibilidade de novas técnicas que viabilizem a eliminação do HF, sendo hoje o aquecimento do silano uma nova e promissora alternativa. Portanto é necessário mais estudos que demostrem uma padronização de técnica e sua viabilidade clinica. O objetivo deste estudo foi avaliar se o aquecimento da superfície cerâmica, após a aplicação do silano, aumentaria a resistência de união à microtração, e obter valores comparáveis a técnica convencional de condicionamento de superfície, assim, possibilitando a substituição do ácido fluorídrico pelo tratamento aquecimento do silano.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Com o objetivo de facilitar a compreensão do assunto abordado, este capítulo será dividido em dois tópicos: **2.1 Adesividade - microtração** no qual trataremos especificamente a resistência de união a microtração, resumindo a literatura encontrada sobre o desempenho laboratorial dos testes de microtração aplicados á adesão de cerâmicas de feldspáticas; **2.2 Tratamento de superfície** onde técnicas, tratamentos na superfície cerâmica e métodos de pesquisa, serão abordados com o intuito de comprovar a efetividade de produtos e técnicas.

2.1 Adesividade – Microtração

Sano et al. (1994) propuseram um novo método mais preciso e específico que os convencionais testes de tração e cisalhamento, para tanto, os autores levantaram a hipótese nula de que não há relação entre a área adesiva da dentina e a resistência à tração dos materiais adesivos. Assim foi removido o esmalte oclusal de terceiros molares humanos até formar uma superfície inteiramente plana, que foi coberta e cimentada com uma simulação de coroa em resina composta, 24 horas depois pequenas secções longitudinais foram feitas, das quais as partes inferiores eram compostas por dentina e as superiores por resina. As secções de 2 mm², foram aparadas usando a lâmina diamantada em alta rotação para que ficassem em formato de ampulheta ao redor da área adesiva. A resistência de união foi mensurada utilizando

acessórios customizados e adaptados para a máquina de ensaio universal. Os autores obtiveram valores similares aos testes macros convencionais, contudo houve uma predominância apenas de falhas adesivas. Com este artigo, os autores introduziram o método de microtração, pois é possível mensurar forças de união da interface sem falhas coesivas, e ainda permite múltiplas medições com apenas um corpo de prova.

Schreiner et al. (1998) fizeram um estudo com objetivo de comparar a resistência de união à microtração e ao cisalhamento de cinco adesivos comerciais utilizados na época. Para execução eles utilizaram 30 terceiros molares recém-extraídos, sendo 6 por grupo que foram preparados para o teste de microtração. Os espécimes fraturados foram incubados a 37 °C em solução salina. Outros 35 dentes foram preparados (n = 7) e nestes realizado o teste de cisalhamento. Depois de testados, todos os corpos de prova foram analisados em microscópio ótico (MO) e microscópio eletrônico de varredura (MEV). Não foram verificadas diferenças estatísticas significativas entre os resultados de resistência adesiva, contudo o teste de cisalhamento apresentou mais falhas coesivas da interface do que o teste de microtração. Os autores concluíram que o teste de microtração permite uma avaliação mais precisa quando comparado ao teste de cisalhamento.

Pashley et al. (1999) fizeram um levantamento na literatura sobre as várias modificações do testes de microtração, nesta revisão os autores relatam alterações na área de união, ou nos formatos do dispositivo em que os palitos eram colados. Os autores ressaltam, que para vários estudos o fato de se obter vários palitos de um único corpo de prova é uma das grandes vantagens da microtração. Concluindo que o teste de microtração é uma opção versátil que não pode ser alcançado pelo métodos convencionais, pois ele é um teste laboratorial mais intensivo, mas detém grande potencial e fornece uma visão da sobre a

força de adesão dos materiais, os lugares e substratos clinicamente relevantes.

Zheng et al. (2001) avaliaram o efeito da espessura da camada de dois adesivos disponíveis comercialmente (Single Bond, 3M-ESP e Liner Bond 2V, Kuraray, Japão) na época. No estudo 46 molares livres de cárie tiveram suas oclusais cortadas em forma de platô a fim de expor a dentina, após o corte, sua superfície foi lixada com lixa de granulação 800 com irrigação. Uma fita adesiva com um buraco de 6 mm de diâmetro foi confeccionada para medir a espessura da camada de adesivo que foi aplicada. Os dentes foram divididos aleatoriamente em dois grupos, um para cada adesivo, e depois subgrupos que indicariam quantas camadas de fita foi colocada na superfície. Após os procedimentos de adesão uma coroa confeccionada em resina composta foi cimentada utilizando cimento resinoso (Clearfill AP-X, Kuraray, Japão). Foi utilizado o teste de microtração como sugerido por Sano et al. (1994). Os autores concluíram que a camada de adesivo influenciou na qualidade da união entre os substratos. No entanto no adesivo Liner Bond os resultados foram significativamente menores que no Single Bond.

Pagani (2001), avaliou *in vitro* resistência adesiva aos testes de cisalhamento utilizado como variáveis os cimentos resinosos Enforce e Panavia F, os materiais restauradores Art Glass, IPAS Empress 2 e Targis, o tratamento de superfície para utilizados para estes materiais foi ácido fluorídrico e silano. Para o estudo foram utilizados 288 dentes bovinos hígidos de animais com 3 anos de idade, com os quais foram confeccionados os corpos de prova com caixas de resinas poliéster. Os testes foram realizados em máquina de ensaio mecânico *Instron*, modelo 430, com célula de carga de 500 kg e velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente pelo ANOVA, Tukey e Box-Whisker Plot. Após a análise foi concluído que o IPS Empress 2 tratado com jato de óxido de alumínio, ácido fluorídrico e silano,

cimentado com Panavia F, mostrou os melhores resultados quando submetido aos teste de resistência ao cisalhamento.

Pisani-Proença et al. (2006) se propuseram a avaliar 3 cimentos resinosos por meio do teste de microtração em uma cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent, Alemanha) submetida a 2 tratamentos de superfície. Os blocos cerâmicos foram cortados em 8 blocos menores e duplicados em blocos de resina (Tetric Ceram, Ivoclar-Vivadent, Alemanha) idênticos. Os blocos cerâmicos foram polidos e divididos em dois grupos (n=9/tratamento). Grupo controle sem tratamento de superfície e HF+SIL: condicionamento com HF + por 20 segundos + aplicação do agente silano por 1 minuto. Os blocos foram cimentados aos de resina composta com um cimento auto-condicionante (RelyXUnicem, 3M-ESPE) ou cimentos de um e dois passos (Multilink, Ivoclar-Vivadent, Alemanha e Panavia F, Kuraray, Japão), seguindo as orientações dos fabricantes. Os blocos após cimentados seguiram para o armazenamento a 37 °C por 7 dias. Foram seccionados em palitos e metade foi encaminhada ao teste de microtração e a outra metade a ciclagem mecânica e posteriormente foram testados. Os dados obtidos foram submetidos aos testes estatísticos análise de variância (Anova 2-fatores) e Tukey ($\alpha = 0,05$). As fraturas foram analisadas em estereomicroscópio e classificadas como adesivas, mistas e coesivas. O fator condicionamento obteve resultados estatísticos significantes, no teste de microtração o Rely X obteve valores maiores que Panavia e Multilink. A prévia silanização aumentou a resistência à microtração, sendo que o Multilink e Rely X obtiveram valores melhores que oPanavia. Os autores concluíram que os tratamentos de superfície são essenciais para o sucesso na cimentação adesiva de cerâmicas vítreas.

Brentel et al. (2007) avaliariam por meio de testes de microtração a força de união entre o cimento resinoso e cerâmica feldspática, submetida a diferentes condicionamentos com e sem a aplicação de silano. Para isso 32 blocos cerâmicos (Vita VM7), foram

cortados nas seguintes dimensões: 6,4 mm x 6,4 mm x 4,8 mm, limpos em água filtrada por 5 minutos e divididos aleatoriamente em 4 grupos de acordo com o agente condicionante e o método de silanização. Grupo 1: condicionamento com HF 10% por 1 minuto + silano; grupo 2: apenas HF; grupo 3: condicionamento com fluorídrico fosfatado acidulado (APF) 1,23% por 5 minutos + silanização; grupo 4 apenas APF. Todos os blocos após terem suas superfícies tratadas foram cimentados utilizando Panavia F. Os espécimes foram armazenados em água destilada à 37 °C por 24 horas antes do corte. Foram cortados, secos e imediatamente levados a máquina de ensaio universal para ser realizado o teste de microtração a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente por análise de variância (Anova 2-fatores) e posteriormente pelo teste de comparações múltiplas (Tukey), $\alpha = 0,05$. Os autores concluíram que a cerâmica feldspática após tratamento com APF ou HF apresentaram um aumento na resistência de união à microtração. Os testes de envelhecimento térmico e armazenamento em água não apresentaram diminuição dos resultados dos grupos silanizados.

D'Arcangelo et al. (2009) utilizaram o teste de microtração e posteriormente foi realizada a análise fractográfica para comparar 4 sistemas de cimentos resinosos. Foram utilizados discos cerâmico e resina composta, cimentados em dentina. Para tanto, 40 dentes recém extraídos foram cortados transversalmente a fim de expor a dentina e 40 espécimes cilíndricos (5 mm de diâmetro e 10 mm de altura) foram confeccionados, sendo 20 de RBC e 20 de cerâmica. Os discos de RBC (*resin-based composite*) foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 μm . E os discos cerâmicos condicionados com HF gel e aplicação de silano. Todos os discos foram cimentados à dentina de acordo com as instruções de cada fabricante do sistema de cimentação que foi utilizado, são eles: (XP bondCoreXFlow; Dentisply [XP])(Enabond/EnaCem HF; Micerium [ENA]), um sistema alto condicionante (ED Primer II A+B/ Panavia F2.0; Kuraray-Dental[PAN]), e

uma cimento auto-adesivo (RelyXUnicem; 3M ESPE [UNI]). Os espécimes foram seccionados após a cimentação com 1 mm² de área e submetidos ao teste de microtração. Foi realizada a análise estatística, análise de variância (Anova 1-Fator) e teste de comparações múltiplas de Tukey ($\alpha = 0,05$). todas as superfícies fraturadas foram analisadas em MEV, aumento de 200 ×, para determinar o tipo de fratura. As análises demonstraram que a resistência de união foi significativamente alterada de acordo com o tipo de cimento utilizado em ambos os grupos (RBC e cerâmica). A maior parte das fraturas encontradas eram coesivas do cimento nos grupos em que foram utilizados discos de resina. Já nos grupos em que foram utilizadas cerâmicas, ocorreu predominância de falhas adesivas. Com base nos resultados, os autores afirmam que os sistemas auto-condicionantes demonstraram uma força de união elevada para cimentação de restaurações cerâmicas.

Akyil et al. (2011), propuseram uma avaliação da resistência a microtração de um cimento resinoso à uma cerâmica feldspática, após os tratamentos de superfície com HF (a), abrasão a ar (b), irradiação com laser de Nd:YAG (c), laser de Er:YAG (d) e HF + abrasão a ar e Laser (e). A hipótese seria de que a aplicação do laser associado aos tratamentos de superfície, iria aumentar a rugosidade superficial da cerâmica feldspática e conseqüentemente aumentar a resistência a microtração. Para tanto foram preparados 40 blocos cerâmicos (Ceramco, Dentsply, New Hampshire - USA), divididos em 8 grupos (n = 5) de acordo com os tratamentos de superfície. Grupo 1 : sem tratamento; Grupo 2 HF 9,5%; Grupo 3 jateamento com óxido de alumínio; Grupo 4 irradiação de laser de Er:YAG; Grupo 5 apenas laser de Nd:YAG; Grupo 6: jateamento + HF Grupo 7: Er:YAG + HF; Grupo 8: Nd:YAG + HF. Após o tratamento de superfície todos os blocos foram cimentados aos blocos de resina com cimento resinoso (Panavia F). Foram armazenados em água por 24 horas, termociclados com temperaturas entre 5 e 55 °C por 1.000 ciclos, após esta etapa, foram

submetidos ao teste de microtração. Os maiores valores de união foram obtidos pelo condicionamento com HF, sendo que a irradiação com laser associado ao condicionamento ácido apresentou significância estatística na melhora da resistência de união a microtração. No entanto o HF seguido de jateamento mostrou resultados inferiores na resistência de união quando comparado aos grupos que receberam somente jateamento. Com base nestes dados os autores concluíram que o HF é o tratamento de superfície mais efetivo para a cerâmica feldspática.

Guarda et al. (2013) investigaram os efeitos da termociclagem e da ciclagem mecânica na resistência à microtração de uma cerâmica vítrea impregnada com dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar-Vivadent) a um cimento resinoso. Para tanto 18 blocos foram fabricados com as dimensões de 10 x 7 x 3 mm, divididos em 6 grupos (n = 3): Grupos 1, 2 e 3 receberam jateamento com partículas de óxido de alumínio por 5 segundos. Grupos 4, 5 e 6 foram condicionados com HF a 10% por 20 segundos. Todos receberam uma camada de silano na superfície que foi seca com jatos de ar por 5 segundos, e cimentados a blocos de resina composta (Tetric N-Ceram, IvoclarVivadent) com cimento resinoso (RelyX ARC, 3M ESPE). Os grupos 2 e 5 foram submetidos a termociclagem e os grupos 4 e 6 a testes de ciclagem mecânica (100.000 ciclos à 2 Hz). Os grupos 1 e 3 serviram como controle. Posteriormente os blocos foram seccionados em palitos de 1 mm² e submetidos à microtração. A análise de falhas apontou para predominância de falhas adesivas no grupo controle. Já os grupos de ciclagem térmica e ciclagem mecânica demonstraram decréscimo nos valores quando comparados ao grupo controle. Os valores do grupo condicionado com HF a 10% obtiveram resultados superiores de resistência de união.

2.2 Tratamento de Superfície

Della Bona e Van Noort (1998) se propuseram a avaliar os efeitos do ácido hidrofluorídrico (HF) e da fosfatase acidulada fluorídrica (APF) no preparo de superfície das cerâmicas feldspáticas. Foram utilizados discos de cerâmica feldspática reforçada com leucita. As superfícies foram polidas, jateadas ou preparadas com brocas diamantadas e submetidos a condicionamento utilizando HF ou APF. A topografia das superfícies foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difração por raio x (DRX). Os autores observaram que o ácido fluorídrico ataca preferencialmente os cristais de leucita, deixando uma camada superficial exposta mais reagente. Em contraste, o condicionamento com APF resultou na formação de depósitos, criando uma superfície mais suscetível a ser preparada.

Barghi et al. (2000) avaliaram os efeitos do tratamento térmico pós silanização na força de união do compósito resinoso á cerâmica feldspática (Vita VMK 68 Vita Zahnfabrik, BeadSackingen, Germany). Foram utilizados 180 corpos de prova, divididos aleatoriamente em seis grupos de estudo, e foram testados: um silano experimental, chamado de A174; silano experimental A174 com aplicação de ar quente (60 °C por 60 segundos) após aplicação de silano; silano de frasco único (Silanit); silano de frasco único (Scotchbond Ceramic Primer); silano de dois frascos (Mirage); silano de dois frascos com aplicação de ar quente (60 °C por 60 minutos) após sua aplicação; e o grupo controle em que não foi aplicado silano. Três intervalos de pós silanização foram programados. Todos os espécimes, após cimentados, foram armazenados a 37 °C em solução salina a 2%, por uma semana e submetidos ao teste de cisalhamento com velocidade de 5 mm/min. Os dados foram submetidos aos testes de ANOVA e Scheffe ($\alpha= 0,05$). Os

resultados médios de resistência de união variaram entre 2,8 a 23,3 MPa. Os grupos apresentaram resistência de união superior ao grupo controle. As cerâmicas silanizadas e com posterior aplicação de ar quente obtiveram resultados superiores.

Hooshmand et al. (2002) tiveram por objetivo avaliar novos métodos, com base na teoria do silano aquecido, que aumentassem a força de união do complexo cerâmica-silano-resina, buscando a possibilidade de eliminar o passo de condicionamento com HF. Foram usadas hastes com revestimentos cerâmicos, e para aplicação do silano foram usados sete diferentes tratamentos de superfície. Os grupos foram: Grupo 1 – espécimes imersos em solução de silano por 60 segundos e depois secos com jato de ar na temperatura ambiente por 15 segundos; Grupo 2 - espécimes imersos em solução de silano por 60 segundos e depois secos no forno à 100 °C por 2 minutos; Grupo 3 – silano aplicado com pincéis descartáveis e seco com jato de ar na temperatura ambiente por 15 segundos; Grupo 4 – aplicação com pincéis e secagem no forno a 100 °C por 2 minutos; Grupo 5 – aplicação com pincéis e secagem com jatos de ar aquecido entre 50 e 55 °C; Grupo 6 – seguiu todo o procedimento do grupo 5 e posteriormente os espécimes foram imersos em água fervente a 80 °C por 15 segundos e seco com jatos de ar quente por 30 segundos; Grupo 7 – após todo o procedimento realizado no grupo 6 foi aplicada uma fina camada de cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) com pincel antes da cimentação. Todos os espécimes foram cimentados utilizando um dispositivo para alinhamento, foram fotopolimerizados ao redor da interface totalizando 120 segundos e os excessos de cimentos retirados com o auxílio de brocas de polimento. E a camada de cimento foi medida para que estivesse no padrão de 400 a 600 µm de espessura. Os resultados demonstraram que a união a superfície cerâmica polida obteve maiores valores de resistência à tração. Não houve diminuição da resistência à tração para qualquer um dos grupos depois de

armazenamento de água para até 3 meses ou ciclagem térmica (valor - $p > 0,05$). A ligação de silano foi também capaz de resistir ao ataque hidrolítico em água fervente. Os autores concluíram com base nos resultados obtidos que é possível substituir o jateamento e o condicionamento ácido pelo aquecimento do silano.

De Melo et al. (2007) avaliaram a união da resina composta à cerâmica feldspática submetida a dois métodos de tratamento de superfície: Condicionamento ácido + aplicação de silano e jateamento com sílica e uma cobertura triboquímica por sílica. A hipótese nula de que ambos teriam valores similares de força de união. A hipótese nula foi aceita, pois o teste estatístico *t-student* demonstrou não haver diferença estatística entre os grupos testados. Os autores concluíram que o condicionamento da superfície com silano, aumenta a resistência de união à microtração, contudo mais estudos são necessários para sugestão de novos tratamentos para a superfície a cerâmica.

Papacchini et al. (2007) avaliaram diferentes composições de silanos e verificaram se a secagem com ar quente aumentaria a força de união dos compostos híbridos micro particulados. Para o estudo foram selecionados 36 cilindros de resina, armazenados em solução salina a 37 °C por um mês. Todos foram jateados com óxido de alumínio, e divididos aleatoriamente em 6 grupos. Dois tratados com silanos pré-hidrolizados (Monobond-S, Ivoclar-Vivadent, Porcelain primer, Bisco), um com silano sem pré-hidrolização (PorcelainLine M, Sun medical) e três tratados com adesivos que já contém silano em sua composição chamados de silanos/adesivos (Porcelain Bond Activator-PBA/Clearfil New Bond, PBA/Clearfil SE Bond, PBA/ClearfilTri-S Bond, Kuraray), que após aplicados na superfície cerâmica foram secos com a jatos de ar quente à 23 °C e 38 °C. Após os procedimentos de condicionamento da superfície cerâmica, os mesmo foram cimentados a blocos de resina composta com cimento resinoso, cortados e submetidos a testes de microtração. Os dados obtidos foram submetidos aos testes estatísticos análise de

variância (Anova 2-fatores) e Tukey. O tipo de silano, a temperatura e interação destes fatores foram significantes. Os grupos que foram secos a 38 °C, obtiveram valores mais significativos nos testes de microtração que os grupos secos a 23 °C, porém estatisticamente não apresentaram diferença significativa.

Fabianelli et al. (2010) fizeram uma análise dos efeitos de diferentes tratamentos de superfície de uma cerâmica reforçada por leucita e a sua resistência de união. Foram confeccionados 24 corpos de prova que foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n = 6), como segue: grupo 1- ácido fosfórico á 9,5% por 1 minuto, secagem com jato de ar por 1 minuto, lavagem por 1 minuto, aplicação do silano (Monobond S - Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e secagem com jatos de ar por 30 segundos; grupo 2 - silano por 1 minuto, secagem por 30 segundos; grupo 3: etapas semelhantes ao grupo 1, mas o silano foi seco com jato de ar quente à 100 °C por 1 minuto; grupo 4 - o silano foi plicado por 1 minuto e seco com jato de ar quente à 100°C por 1 minuto. Os corpos de prova foram cimentados a blocos idênticos de resina composta e submetidos a testes de microtração, os dados obtidos foram analisados e revelaram que o tratamento térmico da superfície silanizada aumentou significativamente a resistência de união à cerâmica feldspática. Os grupos que receberam apenas tratamento térmico apresentaram resultados superiores aos que foram tratados com ácido fluorídrico.

Amaral et al. (2011) tiveram como objetivo avaliar pH de superfície, ângulo de contato e resistência de união da interface cimento resinoso-cerâmica feldspática submetidos a diferentes tratamentos de superfície. Para tanto foram preparados 96 discos cerâmicos divididos em 12 grupos: SC1-pH: cerâmica sem condicionamento de superfície (grupo controle); SC2-pH: HF 9,5% por 1 minuto; SC3-pH: SC2-pH + lavagem/secagem SC4-pH: SC3-pH + silano; SC5-pH: HF 4% por 1 minuto; SC6+pH: SC5-pH + lavagem/secagem; SC7-pH: SC6-pH + silano; SC8-pH: HF 5% por 1 minuto; SC9+pH: SC8-pH + lavagem/secagem;

SC10-pH: SC9-pH + silano; SC11-pH: SC9-pH + neutralizante + lavagem/secagem + limpeza em cuba ultrassônica; SC12-pH: SC11-pH + silano. Após o preparo dos grupos os blocos foram todos cimentados. Metade dos grupos foi submetida à microtração imediatamente após a cimentação e a outra metade submetida ao envelhecimento térmico por 150 dias e termociclagem antes de serem testados. Os autores concluíram que o ácido residual após a lavagem não afetou a resistência de união após o envelhecimento e que, não é necessária a neutralização do HF, pois não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos com diferentes pH e que o pH não influencia negativamente a resistência a microtração.

Carvalho et al. (2011) estudaram o tratamento térmico do silano (ClearfilCeramic Primer, Kuraray Medical Inc., Okayama, Japão) na micro resistência de união entre cimento resinoso e cerâmica feldspática (Vita VM7 Vita Zahnfabrik, BadSackingen, Alemanha). Para tanto, 32 blocos de resina composta e 32 blocos de cerâmica foram divididos em 4 grupos (n = 8), sendo seis para o teste de resistência a adesão e outros 2 utilizados para avaliação em (MEV). Os grupos foram divididos da seguinte forma: G1- ácido hidrófluorídrico (HF) 9,6% + silano e Panavia F2.0 (Kuraray, Japão); G2- HF 9,6%, silano + secagem com ar quente (100^oC por 2 minutos) e Panavia F2.0; G3- silano + secagem com ar quente (100^oC por 2 minutos) e Panavia F2.0; G4-silano + Panavia F2.0. Os dados foram submetidos aos testes estatísticos ANOVA 2-fatores e Tukey. Os resultados demonstraram que a secagem do silano com ar quente não aumentou a resistência de união do cimento Panavia F2.0; G1 e G2 mostraram aumento significativo na resistência de união quando comparados aos G3 e G4; a análise em MEV mostrou exclusivamente falhas mistas.

Queiroz et al. (2012) objetivaram avaliar a influência de diferentes primers na resistência a microtração. Foram preparados 40 blocos de cerâmica feldspática (Vita Mark II, Ivoclar-Vivadent, Schaan,

Liechtenstein, Alemanha). Após polidos, foram divididos aleatoriamente em 10 grupos de acordo com os tratamentos de superfície a seguir: grupo 1 - HF 10% + silano; grupo 2 - óxido de alumínio revestido por sílica (CoJet3M-ESPE, Sumaré, São Paulo, Brasil) + silano; grupo 3 - HF + *primer* para metal/zircônia grupo 4 - HF + *primer* (Clearfil Primer -Kuraray, Japão); grupo 5 - HF + *primer* para liga metálica; grupo 6 - HF + *primer* (V – Primer, ; grupo 7 - apenas *primer* para metal/zircônia; grupo 8 - apenas *primer* (Clearfill Primer); grupo 9 - *primer* metálico; e, grupo 10 – *primer* (V-Primer, SunMedical, Moryama, Japão). Após cimentados foram cortados em palitos com área aproximada de 1mm^2 , foram armazenados em solução salina à $37\text{ }^\circ\text{C}$ por 1 mês e submetidos ao teste de microtração. Os resultados obtidos foram analisados, os autores concluíram que não houve diferença estatística entre os grupos apesar de os tratamentos de superfície para cerâmica terem obtidos melhores valores. O tratamento com HF acompanhado de silano (Grupo 1), apesar de mais específico teve os melhores valores de resistência a microtração.

Cotes et al. (2013) propuseram a avaliar a influência do tratamento térmico do silano na força de união do cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) à cerâmica feldspática VITA Mark II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) Para tanto, 30 blocos foram divididos em 6 grupos ($n = 5$) que foram divididos de acordo com seus tratamentos de superfície: grupo 1 (controle), HF 9,6% + silano (RelyXCeramic Primer, 3M ESPE) + cimento resinoso (Panavia F2.0 Kuraray); grupo 2, HF por 20 segundos + silano + aquecimento em forno a $100\text{ }^\circ\text{C}$ (HTF) + cimento resinoso; Grupo 3, silano aquecido + cimento resinoso; Grupo 4, HF (20s) + silano aquecido com jato de ar quente a $50\text{ }^\circ\text{C}$ por 1 minuto (HTA) + cimento resinoso; Grupo 5, silano + HTA + cimento resinoso; Grupo 6, silano + cimento resinoso. Todos os grupos foram submetidos ao teste de microtração e os resultados obtidos e analisados. No grupo em que foi usado HF os resultados foram estatisticamente superiores aos em que

silano foi aquecido. Os grupos que receberam tratamento com HF, além de demonstrarem maior resistência a microtração também resultaram em menores perdas pré-teste. Os autores concluíram enfaticamente que os procedimentos de aquecimento do silano não podem substituir os tratamentos tradicionais com HF.

Feitosa (2014) avaliou o efeito de diferentes tratamentos de superfície, dentre eles o silano aquecido, na resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max Press) e o cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) quando submetidos ao teste de tração. Para o trabalho, 330 bases tronco-cônicas de cerâmica de dissilicato de lítio foram aleatoriamente divididas em 11 grupos de acordo com o tratamento a ser realizado: C - grupo controle; J - Jateamento com óxido de alumínio (50 μm); JAr - Jateamento com óxido de alumínio (30 μm) e secagem do silano com ar quente; GEr - Revestimento da superfície com grafite e tratamento com laser Er:YAG (200 mJ de intensidade de energia e 10 Hz de frequência); GErAr - Revestimento da superfície com grafite, tratamento com laser Er:YAG (200 mJ de intensidade de energia e 10 Hz de frequência) e secagem do silano com ar quente; Er - Tratamento com laser Er:YAG (200 mJ de intensidade de energia e 10 Hz de frequência); ErAr - Tratamento com laser Er:YAG (200 mJ de intensidade de energia e 10 Hz de frequência) e secagem do silano com ar quente; GNd - revestimento da superfície com grafite e tratamento com laser Nd:YAG (120 mJ de intensidade de energia e 15 Hz de frequência); GNdAr - Revestimento da superfície com grafite, tratamento com laser Nd:YAG (120 mJ de intensidade de energia e 15 Hz de frequência) e secagem do silano com ar quente; Nd - Tratamento com laser Nd:YAG (120 mJ de intensidade de energia e 15 Hz de frequência); NdAr - Tratamento com laser Nd:YAG (120 mJ de intensidade de energia e 15 Hz de frequência) e secagem do silano com ar quente. O cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) que uniu os

espécimes foi fotoativado por 40 segundos utilizando o aparelho LED (Radii cal-SDI, Victoria, Austrália). Então, foi realizada a ciclagem termomecânica com carga de 60 N, 1.000 ciclos térmicos e 24.000 mecânicos. Após os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de tração em máquina de ensaios universal (EMIC – DL1000, ICT-FOSJC-UNESP, São José dos Campos – São Paulo - Brasil). Os dados obtidos foram submetidos aos testes de análise de variância (Anova 3-fatores) de Dunnet ($\alpha = 5\%$). O autor observou que grupo Er apresentou médias de resistência a tração maiores que o grupo controle os demais grupos, enquanto o grupo NdG apresentou resultados de resistência de união inferiores ao grupo controle e aos outros tratamentos de superfície testados. Com base nos resultados concluiu-se que o tratamento de cerâmicas vítreas enriquecidas por dissilicato de lítio com irradiação pelo laser Er:YAG apresenta boa resistência a tração. Contudo os tratamentos de cobertura da superfície com grafite, os jateamento com óxido de alumínio, os de irradiação com laser Nd:YAG sem cobertura de grafite e os com aquecimento do silano não melhoram a resistência adesiva em relação apenas a aplicação do condicionamento com HF e silano.

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar a influência do tratamento térmico superficial em cerâmica feldspática silanizada na resistência adesiva do cimento resinoso. Para tanto a seguinte hipótese nula foi formulada:

- O aquecimento em forno da superfície da cerâmica silanizada não aumenta a resistência de união da interface adesiva, quando comparada ao condicionamento com ácido fluorídrico.

Também foi sugerida a seguinte hipótese alternativa:

- O aquecimento em forno da superfície da cerâmica silanizada a uma temperatura de 77 °C, irá aumentar a resistência de união da interface adesiva, quando comparada do condicionamento com ácido fluorídrico.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Este trabalho faz parte de um grupo de pesquisas realizado na disciplina de Adesão do curso de pós graduação em odontologia restauradora do Instituto de tecnologia e ciência de São José dos Campos. Todos os matérias seguem o mesmo padrão de estudos anteriores e são considerados padrão ouro em pesquisa. Materiais, marcas comerciais, fabricante e composição, são apresentados no Quadro 1.

Quadro 1- Materiais utilizados no estudo

Materiais	Marcas Comerciais	Fabricante	Composição
Cerâmica Feldspática	Vitabloc Mark II	Vita Zanhfabrik, Alemanha	Óxido de alumínio, Óxido de silício, Óxido de potássio, Óxido de sódio
Silano	Monobond S	Ivoclar Vivadent, Schaan, Leichtenstein	50-52 % Ethanol, 1 % 3-Methacryloyloxypropyl-trimethoxysilane
Ácido Fluorídrico 10%	Condicionador de porcelanas	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	Ácido Fluorídrico 10%
Cimento Resinoso	Variolink II	IvoclarVivadent Schaan, Leichtenstein	Matriz de monômero: Bis-GMA, uretano dimetacrilato, e trietilenoglicoldimetacrilato ; Partículas de carga: bário, trifluoreto de itérbio, Ba-Al-fluorosilicato, e óxido misto esferóide.
Resina Composta	Z100 ESPE	3M Sumaré, São Paulo, Brasil	Matriz orgânica: Bis-GMA TEGDMA; Matriz inorgânica: zircônia/sílica(71% volume)

4.2 Metodologia

4.2.1 Obtenção dos corpos-de-prova (CP)

A partir de 12 blocos cerâmicos totalmente sinterizados com dimensões de 12 x 10 x 17 mm (Vitablocs VITA Mark II), visando uma melhor distribuição de forças sobre as superfícies de contato do pistão com a cerâmica, foram obtidos 24 blocos menores com dimensões de 5 x 10 x 4 mm. Estes blocos cerâmicos foram seccionados com auxílio de uma máquina de corte (ISOMET 1000, BuehlerLtd., IL, USA) (Figura 1), e regularizados com lixas d'água de granulação fina 600, de maneira que todas as faces ficassem planas. Cada bloco foi duplicado em resina composta, por meio de uma matriz de silicone de adição com as mesmas dimensões. A resina composta foi depositada na matriz por incrementos de 2 mm e fotoativada por 40s (XL 3000, 3M/Espe; intensidade da luz = 600 mW/cm²), até o seu preenchimento total. Os blocos de resina foram cimentados aos blocos de cerâmica. Para uma melhor união do bloco de resina composta com o cimento resinoso, não foi feito lixamento ou polimento deste, previamente à cimentação. Além disso, os blocos de resina composta foram confeccionados no mesmo dia da cimentação. Após a cimentação os corpos de prova foram encaminhados para o envelhecimento mecânico.

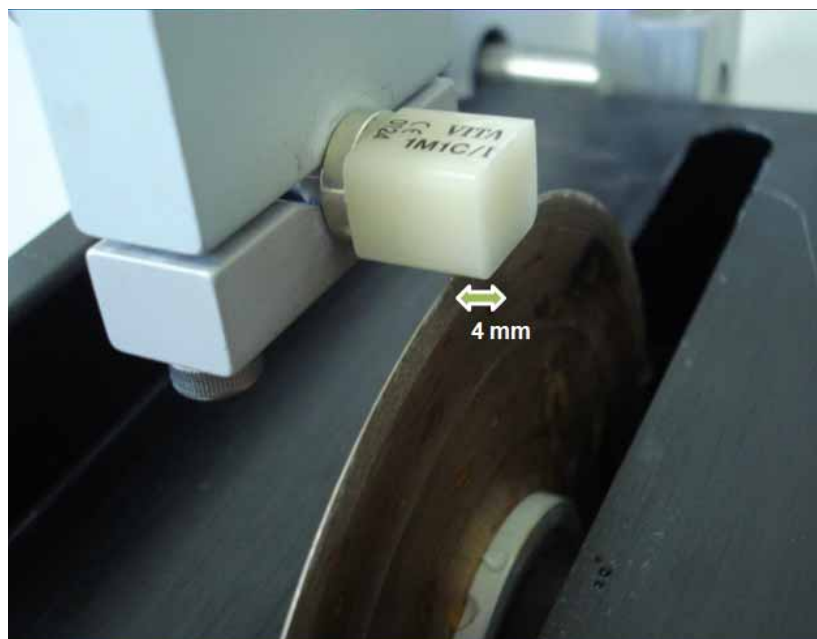


Figura 1- Corte dos blocos de cerâmica feldspática (VITA, Alemanha) para obtenção dos espécimes com 4 mm de altura.

4.2.2 Tratamentos de superfície: grupos experimentais

A divisão dos grupos experimentais foi realizado como explicado na Figura 2.

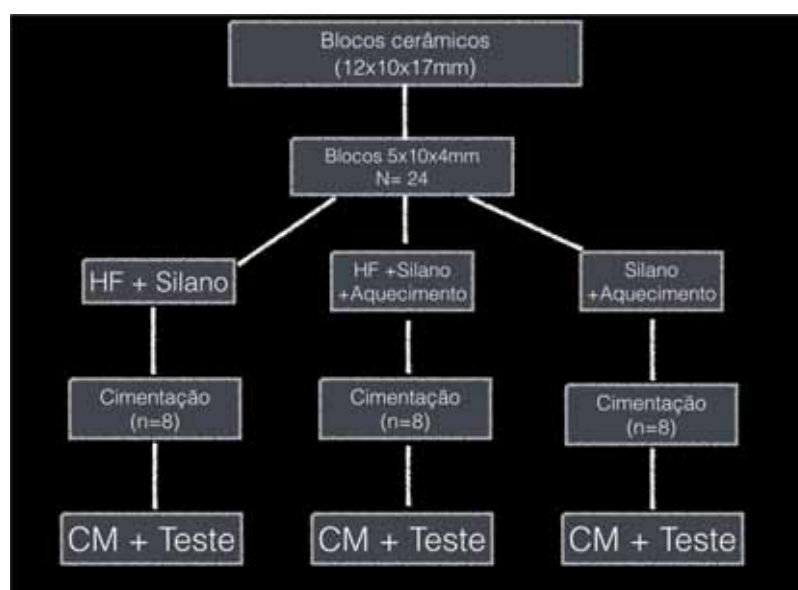


Figura 2- Divisão dos grupos experimentais.

Os grupos foram divididos de acordo com os tratamentos de superfície a que os blocos foram submetidos, como o descrito abaixo:

Grupo HF + silano (Controle – C): Condicionamento com HF por 1 minuto, seguido de lavagem com água corrente e secagem com jato de ar por 30 segundos. Aplicação do silano com ponta aplicadora microbrush (Microbrush, FGM), espera por 1 minuto e secagem com jato de ar durante 15 segundos.

Grupo HF + Silano + aquecimento a 77 °C (HF77): Condicionamento ácido fluorídrico por 1 minuto, seguido de lavagem em água corrente e secagem com jato de ar por 30 segundos. Aplicação do silano com ponta aplicadora microbrush (Microbrush, FGM), espera por 1 minuto e secagem com jato de ar durante 15 segundos, seguido pelo aquecimento do conjunto em forno a 77 °C por 1 minuto.

Grupo silano + aquecimento a 77 °C (77): Aplicação do silano com ponta aplicadora microbrush (Microbrush, FGM), espera por 1 minuto e secagem com jato de ar durante 15 segundos, seguido pelo aquecimento do conjunto em forno a 77°C por 1 minuto.

4.2.3 Cimentação

Os blocos foram cimentados com cimento resinoso da marca Variolink II (Ivoclar-Vivadent), o qual foi manipulado na proporção de 1/1 por 20 segundos, sendo imediatamente espalhado na superfície cerâmica. O conjunto bloco cerâmico/cimento resinoso foi posicionado sobre a superfície preparada do bloco de resina correspondente, num tempo de trabalho de 45 segundos. Uma carga de cimentação correspondente a 750 g foi aplicada sobre o conjunto, com o auxílio de um dispositivo adaptado em um delineador fixo, por um período de

1 minuto (Figura 3). O excesso de cimento foi removido logo após o assentamento da cerâmica. Aguardou-se 60 segundos e em seguida as margens foram fotoativadas respeitando-se o tempo de 40 segundos para cada face. O conjunto, então, foi armazenado por um tempo de 24 horas em água destilada na temperatura de 37 °C. Posteriormente, respeitado o tempo para polimerização final do cimento resinoso o conjunto foi levado ao envelhecimento por ciclagem mecânica.



Figura 3- Dispositivo de cimentação sobre o conjunto bloco cerâmico, cimento e bloco de resina composta.

4.2.4 Ciclagem Mecânica (CM)

Os blocos de cerâmica/resina foram embutidos em resina acrílica (Classic Jet, São Paulo) e posicionados em uma máquina simuladora de fadiga mecânica (Modelo Biocycle série BC000000108 ano 06/13, Biopdi, São Carlos, Brasil)(Figura 4). A simulação foi realizada em água destilada a 37 °C, com uma frequência de 4 Hz, pressão de 2 bar, carga de 88N e 10⁶ ciclos, simulando o número de contatos efetuados fisiologicamente durante 1 ano de uso do material.



Figura 4- Cicladora de fadiga mecânica (Modelo Biocycle série BC000000108 ano 06/13, Biopdi, São Carlos, Brasil), com os corpos de prova posicionados.

4.2.5 Obtenção dos palitos

Após ciclagem mecânica os blocos foram seccionados usando a máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Illinois, U.S.A.) com disco diamantado em baixa rotação (450 rpm) sob irrigação abundante e carga de 300 kgf, no sentido da resina para a cerâmica, de tal forma que se obtenha fatias de aproximadamente 1,0 mm de espessura. Ao término desta fase os espaços criados pelo disco foram preenchidos por alginato, afim de diminuir a trepidação causada pela lamina durante o corte,

reduzindo perdas significantes. Foi realizado um giro de 90 ° no bloco para efetuar o corte dos palitos no sentido oposto, obtendo-se palitos retangulares com aproximadamente 1 mm² de área (Figura 5).



Figura 5- Palitos obtidos após o corte dos blocos cerâmica/resina.

4.2.6 Ensaio de Microtração

Cada espécime foi fixado ao dispositivo padrão, específico para este ensaio, com cianocrilato em gel (SuperBonder gel, LoctiteLtda.), mantendo livre a interface adesiva. A interface foi posicionada perpendicular à ação da força para diminuir o risco de ocorrer forças de cisalhamento durante o teste. O teste de microtração foi realizado em máquina de ensaio universal EMIC DL-1000 (FOSJC/UNESP) a uma velocidade de 1 mm/min. A resistência de união calculada de acordo com a fórmula:

$$R=F/A$$

Onde “R” é o valor da resistência mecânica em MPa, “F” é a força aplicada durante o teste para fratura do CP e “A” é a área da interface adesiva do CP (mm²) mensurada com paquímetro digital antes da realização do teste.

4.2.7 Análise das Superfícies Fraturadas

No estudo todas as amostras foram analisadas após a fratura utilizando o estereomicroscópio Stemi 2000-C (Carl Zeiss, Gottingen, Alemanha), com 20 X de aumento. Algumas amostras representativas foram também analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV JEOL, modelo JSM-5310), com aumentos de 100X, 300X e 500X. Seguindo a classificação proposta por Della Bona et al. (2003), os tipos de fratura foram classificados de acordo com os seguintes títulos: a) Adesiva ao longo da interface cerâmica/cimento; b) Coesiva da cerâmica; c) Coesiva do cimento; d) Falha coesiva da resina; e) Falha mista (falha adesiva ao longo da interface cerâmica/cimento + falha coesiva do cimento).

4.2.8 Abordagem Estatística

Os dados de resistência de união foram submetidos à análise de variância ANOVA 1-fator e post hoc teste de Tukey, ao nível de significância de 5%. Para tanto, foi utilizado o Programa Statistix 8.0 for Windows (Analytical Software Inc, Tallahassee, FL, USA).

5 RESULTADOS

A análise descritiva dos dados é apresentada na tabela 1.

Tabela 1- Análise descritiva apresentando média, desvio padrão, número de palitos e falhas por palito

<i>Tratamento de Superfície</i>	<i>Média, Desvio padrão (MPa)</i>	<i>Total de palitos</i>	<i>Perda pré-teste</i>	<i>Falha Adesiva</i>	<i>Falha Coesiva Cimento</i>	<i>Falha Coesiva Cerâmica / Resina</i>	<i>Falhas Mistas</i>
Controle (HF+Silano)	22,63±5,70	98	12	67	9	7	0
Silano Aquecido 77°C	23,31±4,21	93	15	67	1	9	1
Ácido+Silano Aquecido 77°C	26,32±5,54	83	9	63	1	9	1

Para classificar os tipos de falhas foi utilizada análise de imagem com estereomicroscópio apenas amostras significativas foram encaminhadas para microscopia eletrônica de varredura MEV, esta amostragem nos permitiu uma análise qualitativa. Abaixo imagens demonstrativas desta avaliação:

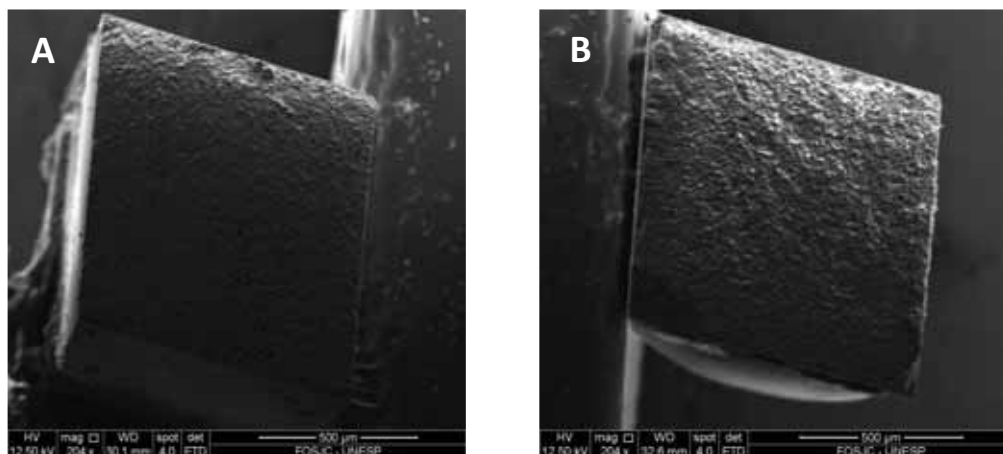


Figura 6 – Blocos apresentando falha adesiva, é possível notar cimento em toda a superfície apenas no palito de resina da figura A. A) cerâmica; B) resina.

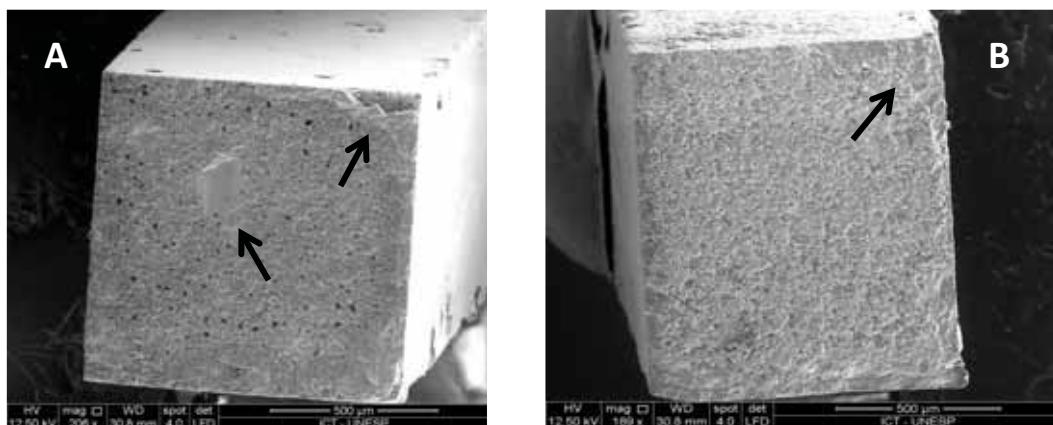


Figura 7 - Blocos apresentando outra leitura de falha adesiva, apesar de apresentar pontos de falha coesivas (setas) a maior parte ainda esta coberta por cimento. A) cerâmica; B) resina.

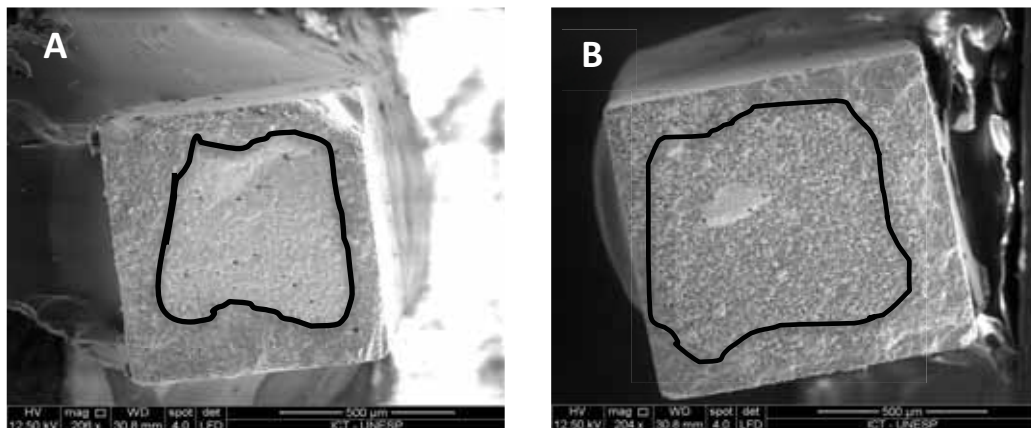


Figura 8 - Blocos apresentando falha mista onde encontrasse metade da superfície com falha adesiva e outra metade com falha coesiva do cimento (área delimitada). A) cerâmica; B) resina.

Para a análise estatística foram utilizados apenas os palitos que apresentaram falha adesiva, falhas mistas e coesivas foram descartados. Foi aplicada a análise estatística de variância – ANOVA a um fator. Os valores obtidos estão apresentados na tabela 2. Não houve diferença estatística entre os grupos testados ($p = 0,33$). O teste de comparações múltiplas também não resultou em diferenças estatísticas, apresentando homogeneidade entre os grupos (Tabela 3).

Tabela 2- Análise estatística Anova Um-Fator

	SS	Degraus	MS	F	P
Intercessão	13953.90	1	13953.90	531.8016	0.000000
grupos	60.72	2	30.36	1.1571	0.333662
erro	551.02	21	26.24		

Tabela 3 - Teste de Tukey, para comparações múltiplas

Grupos	Resistência média	Grupos Homogêneos
grupo 2	22.62000	****
grupo 1	23.40125	****
grupo 3	26.31625	****

6 DISCUSSÃO

A cerâmica feldspática é o material de eleição quando é necessário resistência e estética. Porém este material possui adesão deficiente com os tecidos dentais. Muitos estudos demonstram que para o uso da cerâmica feldspática é necessário um tratamento de superfície que promova a adesão desta ao cimento resinoso, possibilitando assim longevidade a estas restaurações (Della Bona, Van Noort, 1998; Amaral et al., 2006; De Melo et al., 2007).

Para este estudo a cerâmica feldspática foi escolhida devido a sua grande aceitação no meio clínico e científico como um material de eleição pra restaurações que exigem resistência e estética. Para possuir boa adesão ao cimento resinoso sua superfície é condicionada com ácido fluorídrico que reagem com a leucita presente na camada superficial da cerâmica criando uma superfície irregular a nível microscópio, facilitando assim o molhamento e a interação das moléculas inorgânicas com os oligômeros do silano, que por sua vez interage molecularmente tanto com moléculas orgânicas como com as presentes no cimento resinoso. Já foi provado através de estudos que o tratamento de superfície do ácido fluorídrico associado ao silano tem a capacidade de promover o aumento da força de união da cerâmica ao cimento resinoso (Lung, Martinlinna, 2012).

Nesta pesquisa foi realizado um estudo *in vitro*, com o objetivo de observar o comportamento de uma cerâmica feldspática quanto a força de união, empregando como tratamento prévio ao aquecimento da superfície silanizada em forno a 77 °C por um minuto. Os tratamentos utilizados para a superfície cerâmica foram: o ácido fluorídrico com silano (controle); o ácido fluorídrico com silano aquecido;

e, apenas silano aquecido.

Para simular o desgaste natural da relação oclusal os corpos de prova foram submetidos a ensaios de ciclagem mecânica, para determinar a frequência e força utilizadas foi buscado na literatura artigos que avaliassem a variável de envelhecimento mecânico na adesão, como o desenvolvido por (Feitosa, 2014). Neste trabalho o grupo propõe avaliar os efeitos de uma cimentação estratégica e da ciclagem mecânica na força de união à microtração. Para tanto 48 pré-molares humanos foram preparados e inlays cerâmicos produzidos, os espécimes foram locados em 3 grupos, baseados na estratégia de cimentação, 1) cimentação adesiva convencional, utilizando adesivo de dois passos, HF e silano; 2) cimentação simplificada utilizando um cimento autocondicionante. 3) cimentação simplificada modificada utilizando um adesivo autocondicionante associado ao cimento autocondicionante. Metade dos espécimes foram submetidos ao teste de microtração e outra metade a ciclagem mecânica para depois serem encaminhados a microtração. Para o teste de microtração foram utilizados a frequência de 4 Hz, carga de 100N e 2x10⁶ pulsos). Todas as amostras do grupo dois foram perdidas durante o processo de corte, e o teste de ciclagem mecânica não apresentou diferença estatística na força de união, mas sim a estratégia utilizado influenciou nos resultados dos testes de microtração, O fator envelhecimento não foi analisado neste trabalho como realizado por Feitosa (2014), contudo foi seguido o mesmo padrão, para realização do nosso estudo.

Os corpos de prova foram submetidos ao teste de microtração, propostos por Sano et al. (1994), que introduziram o teste de microtração como uma alternativa aos testes macros que causavam grandes números de falhas coesivas pela grande distribuição de forças devido a área testada, os autores analisaram que a resistência a tração é inversamente proporcional ao tamanho da superfície adesiva, e que se a área de secção fosse menor que 2 mm². Assim foi possível obter

resultados similares e com 100% de falhas adesivas, contudo a preparação para este teste é extremamente delicado, pois o corte com discos diamantados pode incorporar estresses a união adesiva o que poderá alterar os resultados além de poder aparecer trincas na cerâmica ou resina, o que justifica o número baixo de falhas mistas e coesivas encontradas nos grupos, como também observados em outros estudos (Schreiner et al., 1998; Melo et al., 2007; D`Arcangelo et al., 2009) Acreditamos que a limitação do estudo de Sano et al. (1994) foi a falta de uma análise microscópica que pode permitir um melhor julgamento do tipo de falha que ocorre na interface adesiva. Porém sua equação é válida, pois traz um resultado mais claro da falha adesiva devido a menor dissipação de forças que incidem na interface adesiva durante o teste, portanto seu teste foi eleito para ser utilizado neste estudo.

Como citado anteriormente, o ácido fluorídrico tem como função limpar a superfície cerâmica expondo uma camada superficial de leucita facilitando sua interação com o silano e posteriormente com o cimento resinoso. Existe hoje uma interdependência do ácido fluorídrico com o silano, estudos como o de Akyil em 2011, procuraram estudar o efeito deste composto, propondo o uso destes como tratamentos de superfície isolados, contudo nenhum obteve sucesso. Porém pesquisas com a de Barghi et al. (2000) e Hoshmoond et al. (2000), observaram com base na composição química do silano que este ao ser aquecido expõe uma terceira camada de moléculas mais reagente que interagem bem com os substratos. Ambos obtiveram resultados experimentais animadores, o primeiro utilizou jatos de ar quente a 60 °C por 1 minuto comparado a outros três silanos que não receberam tratamento térmico. Hoshmoond et al. (2000), avaliaram diferentes formas de aquecer o silano: banho em água à 100 °C e secagem com jatos de ar quente, todos comparados a grupos sem tratamento térmico. Ambos concluíram que o tratamento térmico foi efetivo a ponto de utilizar apenas o tratamento térmico do silano. Outros estudos também tiveram resultados animadores

quanto ao aquecimento do silano (Papachini et al., 2007; Fabianelli et al., 2010).

Nosso estudo se assemelha muito em proposta dos estudos citados acima, os grupos foram divididos baseados no tratamento de superfície que foi recebido, silano com HF, silano com HF mais aquecimento e apenas silano aquecido. Após analisar vários artigos se optou a utilizar o aquecimento no forno cerâmico devido a facilidade de padronização de temperatura e tempo de exposição, algo difícil de se fazer quando colocado em água fervente ou exposto a jatos de ar quente com secador. Vale ressaltar que este projeto pertence a um grupo de pesquisa do departamento de prótese e material dentários, da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Instituto de ciências e tecnologia - UNESP, e que pesquisas anteriores buscando a padronização da técnica foram realizadas, sempre obtendo valores relevantes quando submetido a temperatura de 77 °C, o que justifica o uso dessa temperatura.

Não é unânime cientificamente que o silano aquecido seja o tratamento de eleição e o mais eficiente a ponto de eliminar o condicionamento com HF a 10% mais silano. Estudos como os de Carvalho et al. (2011) em que o silano foi aquecido por jatos de ar 100 °C por um minuto, de Cotes et al. (2013), jatos de ar quente entre 50 e 55 °C por um minuto e Feitosa (2014), que utilizou jatos de ar quente associados a irradiação de laser, apresentaram resultados desanimadores. É possível que exista uma relação entre a técnica utilizada e seus resultados, já que com jatos de ar quente é difícil padronizar a distância que o secador fica da cerâmica, o calor dissipado durante o processo e potência correta conferida, fatores estes que podem influenciar na qualidade do calor fornecido a superfície silanizada.

Nos resultados apresentados, foi possível observar que não houve diferenças significantes entre os grupos ($p = 0,33$), o que nos mostra a possibilidade da substituição dos tratamentos de superfícies com

ácido fluorídrico apenas pelo aquecimento do silano. Seria de grande validade em termos clínicos, pois facilitaria a técnica diminuindo os passos e minimizando erros por manipulação do operador. É preciso observar na análise descritiva que o grupo que apresentou um número maior de falhas pré-teste: o grupo do silano aquecido. Ainda que a discrepância seja muito baixa é possível que haja uma maior sensibilidade da técnica, e portanto acaba levando autores ao questionamento quanto a efetividade deste tratamento de superfície assim como Melo et al. (2007) que sugeriu que mais estudos são necessários. Como já dito neste trabalho, há poucos artigos na literatura que padronizaram o aquecimento do silano. Contudo vale ressaltar que a diferença entre os grupos de palitos perdidos neste estudo foi baixa, e que não houve diferenças estatísticas entre os grupos testados, o que confirma que a padronização do aquecimento do silano à 77° C, após aplicado a superfície cerâmica, pode substituir o condicionamento com ácido fluorídrico.

7 CONCLUSÃO

O grupo apenas aquecido em forno da superfície cerâmica a uma temperatura de 77° C, demonstrou resistência de união muito próximo aos valores do grupo controle e HF + silano aquecido. A análise estatística mostra que não houve diferenças estatísticas, quando comparada ao condicionamento com ácido fluorídrico.

8 REFERÊNCIAS*

Akyıl M, Yılmaz A, Bayındır F, Duymuş ZY. Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Photomed Laser Surg.* 2011;29(3):197-203.

Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater.* 2006;22(3):283-90.

Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Resin bonding to a feldspar ceramic after different ceramic surface conditioning methods: evaluation of contact angle, surface pH, and microtensile bond strength durability. *J Adhes Dent.* 2011;13(6):551-60.

Barghi N, Berry T, Chung K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. *J Oral Rehabil.* 2000;27(5):407-12.

Boushell LW, Ritter AV. Ceramic inlays: a case presentation and lessons learned from the literature. *J Esthet Restor Dent.* 2009;21(2):77-87.

Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater.* 2007;23(11):1323-31.

Carvalho RM. *Adesivos dentinários: fundamentos para a aplicação clínica.* Santos: Editora Guanabara; 2011.

Cotes C, de Carvalho RF, Kimpara ET, Leite FP, Ozcan M. Can heat treatment procedures of pre-hydrolyzed silane replace hydrofluoric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic? *J Adhes Dent.* 2013;15(6):569-74.

*Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.ht

D'Arcangelo C, De Angelis F, D'Amario M, Zazzeroni S, Ciampoli C, Caputi S. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. *Oper Dent*. 2009;34(3):328-36.

de Carvalho RF, Martins ME, de Queiroz JR, Leite FP, Ozcan M. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Dent Mater J*. 2011;30(3):392-7.

de Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Microtensile bond strength of a repair composite to leucite-reinforced feldspathic ceramic. *Braz Dent J*. 2007;18(4):314-9.

Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater*. 2003;19(8):693-9.

Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent*. 2000;2(4):305-13.

Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent*. 1998;11(6):276-80.

Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010;38(1):39-43.

Feitosa FA. Avaliação de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união de cerâmica de dissilicato de lítio [Dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciências e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

Guarda GB, Correr AB, Gonçalves 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. *Oper Dent*. 2013;38(2):208-17.

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

Hooshmand T, Daw R, van Noort R, Short RD. XPS analysis of the surface of leucite-reinforced feldspathic ceramics. *Dent Mater*. 2001;17(1):1-6.

Itinoche MK, Oyafuso DK, Miyashita E, Araújo MA, Bottino MA. Avaliação da influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão das cerâmicas. *Cienc Odontol Bras*. 2004;7(2):47-54.

Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*. 2012;28(5):467-77.

Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater*. 2010;26(2):e17-23.

Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*. 2003;19(8):725-31.

Pagani C. Avaliação *in vitro* da resistência adesiva ao cisalhamento entre dentina bovina, cimentos resinosos e materiais restauradores indiretos, tratados ou não com jato de óxido de alumínio, ácido fluorídrico e silano [Tese de livre docência]. São José dos Campos(SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2001.

Papacchini F, Monticelli F, Hasa I, Radovic I, Fabianelli A, Polimeni A, et al. Effect of air-drying temperature on the effectiveness of silane primers and coupling blends in the repair of a microhybrid resin composite. *J Adhes Dent*. 2007;9(4):391-7.

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

Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic ceramic? *J Adhes Dent*. 2008;10(6):455-60.

Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Valandro LF, Gutierrez-Aceves G, Bolanos-Carmona MV, Del Castillo-Salmeron R, et al. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent*. 2006;96(6):412-7.

Queiroz JR, Souza RO, Nogueira Junior L, Ozcan M, Bottino MA. Influence of acid-etching and ceramic primers on the repair of a glass ceramic. *Gen Dent*. 2012;60(2):e79-85.

Rosentritt M, Siavikis G, Behr M, Kolbeck C, Handel G. Approach for valuating the significance of laboratory simulation. *J Dent.* 2008;36(12):1048-53.

Saavedra G, Ariki EK, Federico CD, Galhano G, Zamboni S, Baldissara P, et al. Effect of acid neutralization and mechanical cycling on the microtensile bond strength of glass-ceramic inlays. *Oper Dent.* 2009;34(2):211-6.

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. *Dent Mater.* 1994;10(4):236-40.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater.* 1998;14(3):194-201.

Sjögren G, Molin M, van Dijken J, Bergman M. Ceramic inlays (Cerec) cemented with either a dual-cured or a chemically cured composite resin luting agent. A 2-year clinical study. *Acta Odontol Scand.* 1995;53(5):325-30.

Valandro LF, Özcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent.* 2006;8(3):175-81.

Vanderlei A, Passos SP, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF. Durability of adhesion between feldspathic ceramic and resin cements: effect of adhesive resin, polymerization mode of resin cement, and aging. *J Prosthodont.* 2013;22(3):196-202.

Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont.* 1995;8(2):105-16.

Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent.* 2001;26(1):97-104.

Zidan O, Ferguson GC. The retention of complete crowns prepared with three different tapers and luted with four different cements. *J Prosthet Dent.* 2003;89(6):565-71.