

CAROLINE COTES MARINHO

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE PÓS
CONDICIONAMENTO E DA CICLAGEM TERMOMECÂNICA
NA RESISTÊNCIA À FRATURA DE COROAS CERÂMICAS**



2012

CAROLINE COTES MARINHO

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE PÓS
CONDICIONAMENTO E DA CICLAGEM TERMOMECÂNICA NA
RESISTÊNCIA À FRATURA DE COROAS CERÂMICAS**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese dentária.

Orientador: Prof. Adj. Estevão Tomomitsu Kimpara

São José dos Campos

2012

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpura (Orientador)

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

UNESP – Univ Estadual Paulista

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

UNESP – Univ Estadual Paulista

Profa. Dra. Fabíola Pessôa Pereira Leite

Faculdade de Odontologia

Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF

São José dos Campos, 06 de fevereiro de 2012.

DEDICATÓRIA

À minha madrinha, **ANDRÉA APARECIDA ALVES COTES TAVARES**, por fazer dos meus sonhos os seus próprios sonhos.

Aos meus pais, **ADRIANA APARECIDA COTES MARINHO E GILSON SILVA MARINHO**. Por entenderem a minha ausência, suportarem a saudade, e sempre prezarem pela minha educação.

À minha avó, **ANA ALVES COTES**. O maior amor da minha vida!

Ao meu avô, **ONOFRE GAMA COTES** (*in memoriam*). Sua ausência deixa uma lacuna irreparável em nosso dia a dia. Imagino o quanto deve estar orgulhoso por essa vitória!

Amo muito vocês. Obrigada por tudo.

AGRADECIMENTOS

"Agradeço todas as dificuldades que enfrentei; não fosse por elas, eu não teria saído do lugar. As facilidades nos impedem de caminhar."
Chico Xavier

Aos meus pais **ADRIANA APARECIDA COTES MARINHO** e **GILSON SILVA MARINHO**, meus tios **ANDRÉA APARECIDA ALVES COTES TAVARES** e **LOURENÇO TAVARES**, meus avós **ONOFRE GAMA COTES** e **ANA ALVES COTES** e meu irmão **BRUNO COTES MARINHO**. Sem o estímulo, carinho, apoio e exemplo de vocês, nada faria sentido. Amo muito vocês!

Ao meu orientador professor **ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA**. Obrigada por ser exemplo de caráter, dedicação e ética. Agradeço hoje, da mesma forma que agradei todos os dias do curso, por ter tido a sorte de ser sua orientada. Obrigada por me adotar como sua filha, e me deixar adotá-lo como pai, por entender as minhas limitações, por ser humano e justo, sem deixar de ser exigente. Por tudo que tem me ensinado, por todas as oportunidades que tem me concedido. Por confiar em mim e estimular meu crescimento.

À professora **FABÍOLA PESSOA PEREIRA LEITE**, por ter acreditado em mim, e confiado a sua primeira indicação para este curso, pelas orientações, apoio e amizade. Se não fosse por você, nada disso

teria começado. Te admiro muito, e não é a toa que quis seguir seus passos.

Aos Professores da disciplina de Materiais Dentários e Prótese Total, **ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA. TARCISIO JOSE DE ARRUDA PAES JUNIOR, ALEXANDRE LUIZ SOUTO BORGES, RUBENS NISIE TANGO, GUILHERME DE SIQUEIRA FERREIRA ANZALONI SAAVEDRA e PAULA CAROLINA DE PAIVA KOMORI.** Por terem me acolhido e permitido que eu acompanhasse as aulas da graduação, pela atenção dispensada na clínica, pelos ensinamentos do dia a dia e pelos momentos de descontração. Por me fazerem entender o que é de fato uma equipe.

Á **VANESSA CRUZ MACEDO.** Recebeu-me de braços abertos em sua casa sem nem conhecer, ajudou-me em tudo que eu fiz no mestrado, tanto na parte teórica e quanto prática dos trabalhos. Ensinou-me muitas coisas. Obrigada por além de tudo isso, ter me dado a oportunidade de ser sua amiga, pela força em todos os momentos, a confiança dispensada no cotidiano. Os momentos de descontração, as diversas vezes em que você e **RENATO CABRINI** me fizeram companhia, tanto nas horas boas quanto ruins. Vou levar vocês para sempre no meu coração.

Á **FLÁVIA ZARDO TRINDADE,** por cada conversa na sala a noite, por também me receber sem ao menos me conhecer. Por cada almoço, por cuidar de mim... Pela amizade, conforto, compreensão... Por me ouvir, e confiar em mim. Aprendi e aprendo muito com seu jeito de ser e com as suas crenças. Sem você, poderia ter desistido de muita coisa, mas a força e o carinho que sempre me deu foram essenciais durante esses anos em São José dos Campos.

Á **FERNANDA CAMPOS.** Pelas nossas grandes criações cientificamente banais... Cada dia de convivência, madrugadas sem

dormir e finais de semana no laboratório, só me fizeram ver que existem pessoas que estarão sempre ao meu lado, independente do que aconteça. “Bila”, tenho certeza que nossa amizade vai muito além do nosso mestrado e doutorado!

Á **ANELYSE ARATA**. Mesmo diferentes, obrigada por termos uma convivência tão pacífica, por sermos capazes de sentir e entender a limitação uma da outra, e as nossas próprias necessidades. Conviver com você me deixou claro o verdadeiro sentido de compartilhar experiências. Você é extremamente especial, e sei que posso contar com você para sempre!

Á **CAROLINA MARTINELLI**. Por todo apoio antes da prova de mestrado. Nunca vou me esquecer! Por me fazer sentir integrada em um mundo antes desconhecido.

Ao **RODRIGO FURTADO DE CARVALHO**, amigo desde a época de graduação, por ser alguém que eu posso confiar e contar em todos momentos. Ter você aqui em São José dos Campos foi um presente. Obrigada por todo apoio nas horas mais difíceis.

Aos meus amigos de “sempre”, que mesmo a distância me acompanham e torcem por mim, há muitos anos... **MAYARA VAZ, MARCOS PAULO SANTOS, SUMARA LEAL, CAROLINA DIAS, FÁBIO REIS, RAFAELA OSÓRIO, RODRIGO REIS, NATÁLIA FATIGATTE**. Em especial a **SUMARA LEAL**, por entender minha ausência no momento mais importante da sua vida. Pode ter certeza que a **LAURINHA**, foi muito amada por mim, mesmo a distância, desde o dia que ela era uma sementinha só... Amo muito mesmo todos vocês!

Ás minhas amigas da graduação, **ANA PAULA MELO, CAMILA LELIS e DANIELLE PENA**. Por sempre acreditarem em mim, e me apoiarem desde o início para fazer o mestrado. Amo muito vocês também. Devo muito ao apoio de vocês o fato de estar na Pós-

Graduação. Obrigada por não deixarem que o cotidiano nos afastasse, e por serem as minhas melhores lembranças da graduação.

Aos meus queridos “amigos do laboratório”, que direta ou indiretamente contribuíram de alguma forma para o meu crescimento pessoal e profissional. Pelos abraços nos momentos difíceis, cafés diários. Pela descontração nos momentos de estresse, pela compreensão e respeito mútuo, quase sempre incondicionais. Obrigada, **ALECSANDRO DE MOURA SILVA, ANNA KARINA FIGUEIREDO COSTA, HUMBERTO LAGO DE CASTRO, LILIAN COSTA ANAMI, MARINA AMARAL, MAYRA CARDOSO, PAULA BENETTI, PEDRO HENRIQUE CORAZZA, ANA CAROLINA SOUZA, FERNANDA PAPAIZ, VIVIAN MAYUMI, SÂMIA CAVALCANTI, SABRINA FEITOSA, MARÍLIA RIPPE, JULIA COSTA, PRISCILA PEREIRA, PAULA BENNETI.** Em especial, ao **LUCAS HIAN**, por sempre estar disposto a ajudar e pela amizade; ao **CÉSAR BERGOLI** por ter feito a randomização dos grupos deste trabalho; e a **SUZANA MAROCHO** pela realização da análise de Weibull deste estudo.

Aos professores de Prótese Fixa e Removível da Faculdade de Odontologia de Valença – FOV/FAA, **Prof. CARLOS BRUNO, Prof. MARCELO BRUNO, Prof. NILTON RAMOS e Prof. ROMERO TEIXEIRA.** O conhecimento que adquiri com as aulas teóricas e práticas ministradas serviram de base para a minha escolha em seguir na área de Prótese. Obrigada por tudo que me ensinaram, por toda a disposição em me ajudar, pela amizade e carinho.

Ao professor e meu co-orientador **LUCAS VILLAÇA ZOGHEIB.** Pela ajuda em todo este estudo, com disponibilidade incondicional para que o melhor trabalho fosse feito.

Ao **MARCOS NICODEMO**. Por toda a atenção dispensada no laboratório, por cuidar de todos nós. Pela enorme boa vontade de nos ajudar sempre, independente do que seja.

Ao **FERNANDO CARVALHO FONTES**, pelos ensinamentos da parte técnica de confecção das próteses totais, disposição, paciência e momentos alegres.

Á **ELIANE WENZEL**, por toda doçura dispensada no cotidiano, somada à boa vontade, e pela disponibilidade incondicional em colaborar com todos nós.

Á **CAROL BACCI**, pelo carinho, pela amizade e pelas “comidas de mãe”. Cada momento que passamos juntos foi muito bom para que me sentisse em casa, e amenizasse a saudade da minha família. Você é muito especial!

Á professora **ANA PAULA ROSIFINI CLARO**, pelas considerações feitas a este trabalho e disposição para auxiliar nossos trabalhos.

Ao professor de fractografia **LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN**, pela atenção dispensada na etapa da análise fractográfica deste trabalho.

Ao professor **PAULO FRANCISCO CÉSAR**, pela ajuda na confecção do piloto deste trabalho.

Ao professor **FERNANDO EIDI TAKAHASHI**, por toda a atenção dispensada na clínica

Ao **CARLOS GUEDES**, pela paciência e solicitude.

À **FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS** – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

UNESP, na pessoa de seu Diretor, Professor **CARLOS AUGUSTO PAVANELLI**.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – **CAPES**, pelo apoio financeiro concedido, por meio de bolsa, durante todo o curso de mestrado.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – **FAPESP**, pelo auxílio financeiro concedido para a realização deste trabalho (Processo 2010/18071-3).

Às secretárias da secção de Pós-Graduação, **ROSEMARY DE FÁTIMA SALGADO PEREIRA, ERENA MICHIE HASEGAWA** e **BRUNO TANAKA**. Por toda a paciência e disponibilidade incondicional para resolver qualquer problema ou prestar assistência.

Ao Professor. **MARCO ANTONIO BOTTINO**, responsável pela Especialidade de Prótese Dentária do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora. Sua dedicação é muito importante para todos nós.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pela Professora **MARCIA VALERA**.

À **IVOCLAR/VIVADENT**, em especial ao **CARLOS PAES**, pela paciência e presteza em nos ajudar sempre.

À **KG SORENSEN**, em especial ao **Sr. KNUD**. Pela confecção das brocas especialmente para este estudo, com agilidade e boa vontade.

Ao **LABORATÓRIO LEMKE**, em especial ao **ROMILDO**, por usinar e sinterizar as coroas utilizadas neste estudo sempre no tempo adequado.

Ao **PROFESSOR IVAN**, pela disponibilidade para execução da estatística deste trabalho.

**“ Todo grande sonho exige renúncia,
suor e saudade...”**

SUMÁRIO

RESUMO	13
ABSTRACT.....	14
1 INTRODUÇÃO.....	15
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	20
2.1 Desempenho laboratorial e clínico das coroas de dissilicato de lítio.....	20
2.2 A importância dos tratamentos de superfície nas cerâmicas e os protocolos de limpeza pós-condicionamento.....	30
2.3 Simulação dos tecidos de suporte dentário <i>in vitro</i>	66
3 PROPOSIÇÃO.....	69
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	70
4.1 Submissão ao Comitê de Ética em Pesquisa.....	70
4.2 Materiais Utilizados.....	70
4.3 Delineamento do estudo.....	72
4.4 Seleção, inclusão e preparo das amostras.....	73
4.5 Confeção das coroas cerâmicas.....	77
4.6 Tratamento de superfície e cimentação das coroas cerâmicas...	80
4.7 Ciclagem termomecânica.....	85
4.8 Análise da resistência à fratura.....	87
4.9 Análise de Burke.....	88
4.10 Análise fractográfica.....	89
4.11 Análise estatística.....	90
5 RESULTADOS.....	92

5.1 Análise estatística.....	92
5.2 Análise de Burke.....	95
5.3 Análise Fractográfica.....	96
6 DISCUSSÃO.....	99
7 CONCLUSÃO.....	109
8 REFERÊNCIAS.....	110

Marinho CC. Influência do tratamento de superfície pós condicionamento e da ciclagem termomecânica na resistência à fratura de coroas cerâmicas [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2012.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à fratura de coroas cerâmicas à base de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD) submetidas a neutralização do precipitado do ácido fluorídrico (HF) associada ao banho ultrassônico, e envelhecidas por meio de ciclagem termomecânica. Quarenta molares humanos receberam um preparo convencional para coroa total após terem sido incluídos em um padrão de poliuretano com a simulação do ligamento periodontal. Após escaneamento digital dos preparos, os blocos cerâmicos foram usinados pelo sistema CAD/CAM para obtenção das coroas. As mesmas foram distribuídas nos grupos conforme o tratamento de superfície a saber: Grupos 1 e 3 - HF + silano; Grupos 2 e 4 - HF + neutralização do precipitado do ácido fluorídrico + banho ultrassônico + silano. As coroas foram cimentadas com cimento resinoso dual e os espécimes dos grupos 3 e 4 foram submetidos à ciclagem termomecânica (5 / 55 °C / 60 s enquanto ocorria 1.200.000 ciclos mecânicos de 4 Hz com carga de 100 N). As amostras foram submetidas ao ensaio de compressão, com carga aplicada no centro da face oclusal da coroa até a fratura. A análise das fraturas foi realizada macroscopicamente (método de Burke) e em um Microscópio Eletrônico de Varredura. Os dados de resistência a fratura foram submetidos ao teste estatístico de análise de variância dois fatores. Não houve diferença estatística entre os grupos estudados, independente da realização de ciclagem termomecânica ou de tratamento de superfície pós condicionamento proposto (p-valor = 0,8409). A maioria das falhas foi associada com a fratura do remanescente dentário, sendo que a origem da fratura estava localizada na superfície de cimentação. Foi concluído que a resistência à fratura de coroas cerâmicas para dentes posteriores a base de dissilicato de lítio não é influenciada pela associação entre neutralização e banho ultrassônico, e a ciclagem termomecânica utilizada neste estudo não levou a fragilização da cerâmica estudada.

Palavras-chave: Cerâmicas. Ácido fluorídrico. Resistência de materiais.

Marinho CC. Influence of the post-etching surface treatment and thermomechanical cycling on the fracture resistance of ceramic crowns [dissertation]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the fracture resistance of lithium disilicate ceramic crowns (IPS e.max) subjected to neutralization of hydrofluoric acid (HF) associated with ultrasonic bath and aged by thermomechanical cycling. Forty human molar were prepared to receive a full crown after being included in a standard polyurethane with a simulation of the periodontal ligament. After the digital scanning of the prepared teeth, ceramic blocks were machined by CAD / CAM system to obtain the crowns. Then, they were distributed in groups according to surface treatment as follows: Groups 1 and 3 - HF + silane; Groups 2 and 4 - HF + neutralization + ultrasonic bath + silane. The crowns were cemented with dual-resin cement and the specimens of groups 3 and 4 were submitted to thermomechanical cycling (5 / 55 ° C for 60 s while the mechanical cycling of 1.200.000/ 4 Hz /100 N is occurring). Subsequently, the specimens were subjected to a mechanical test, with a compressive load applied at the center of the crown's occlusal surface until fracture. The fractography analyses was performed macroscopically (Burke method) and in a Scanning Electron Microscope. The values of fracture resistance were submitted to a statistical test ANOVA two factors. There was no statistical difference between the groups, regardless of surface treatment or thermomechanical cycling (p -value = 0,8409). Most of the failures were associated with tooth remaining fracture, and the origin of the fracture was located on the cementation surface. It was conclude that the fracture resistance of lithium disilicate posterior ceramic crowns is not influenced by the association between neutralization and ultrasonic bath, and the thermomechanical cycling used in this study did not lead to weakening of the ceramic.

Keywords: Ceramics. Hydrofluoric Acid. Material Resistance.

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos são amplamente utilizados em restaurações dentárias devido a sua resistência ao desgaste, além de excelente resultado estético, devido à estabilidade de cor a longo prazo e coloração semelhante a dos dentes naturais (Nagai et al., 2005). Por outro lado, as cerâmicas apresentam baixa ductibilidade e maleabilidade, o que pode evitar sua utilização em regiões submetidas a maiores tensões mastigatórias. Desta forma, diferentes mecanismos têm sido considerados para melhorar suas características, reduzindo seu potencial de falhas sobre aplicações de tensões. Tradicionalmente, estes mecanismos consistiam no fortalecimento das estruturas cerâmicas por meio de um suporte interno, com resistência adequada e união efetiva às suas estruturas, de modo a transmitir as tensões de um substrato a outro. Um dos métodos mais efetivos de fortalecimento era a utilização de subestruturas metálicas, no entanto, isto resultava em propriedades estéticas insatisfatórias (Kina, 2005).

Devido à crescente exigência dos pacientes por tratamentos odontológicos estéticos, buscou-se a melhoria das propriedades óticas e físicas das cerâmicas (Stappert et al., 2006; Clavijo et al., 2007). Assim, o desenvolvimento de novos sistemas cerâmicos livres de metal para próteses fixas parciais e unitárias, com propriedades físicas semelhantes às das ligas metálicas, mas que atendam também ao requisito estético, possibilita a confecção de restaurações com ótimas propriedades mecânicas e excelente resultado estético (Clavijo et al., 2007).

Dentre estes sistemas, as cerâmicas à base de dissilicato de lítio apresentam propriedades estéticas e mecânicas satisfatórias,

correspondendo às exigências do mercado odontológico atual. Sua microestrutura intermediária é composta por 40% de lítio em forma de cristais de metassilicato inseridos em uma fase vítrea (Tysowsky, 2009). Uma das possibilidades de utilização deste tipo de cerâmica é por meio dos blocos cerâmicos de dissilicato de lítio. O conceito deste sistema é conciliar em uma restauração a estética e a resistência mecânica, com a confecção de restaurações monolíticas. Isto elimina o desafio de se trabalhar com dois materiais diferentes em uma mesma restauração (Tysowsky, 2009). Os blocos cerâmicos são indicados para produção de restaurações por meio do sistema Computer Aided Design/ Computer Aided Manufacturing (CAD/CAM) (Fasbinder et al., 2010). Esta tecnologia baseia-se na digitalização do preparo ou troquel, desenho da restauração no computador via software e transferência destas informações para a unidade fresadora que desgasta os blocos cerâmicos, transformando-os na restauração planejada. A cimentação da restauração, segundo as recomendações do fabricante, pode ser realizada tanto com cimentos tradicionais, quanto com cimentos resinosos.

A cimentação com cimentos resinosos possui várias vantagens quando comparada a cimentação com fosfato de zinco: leva a maiores valores de resistência à fratura de coroas cerâmicas (Attia et al., 2006), inclusive das de dissilicato de lítio (Heintze et al., 2008); e uma menor micro-infiltração nas margens em esmalte de coroas cerâmicas (Toman et al., 2007). Para promover a resistência de união entre a cerâmica e cimento resinoso, é necessário o condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico (HF) e a aplicação do agente silano (Wiedhahn, 2007). Este procedimento é realizado com o objetivo de aumentar a área da superfície cerâmica em contato com os materiais adesivos, a partir da criação de microporosidades (Stangel et al., 1987; Ayad et al., 2008). Tal mecanismo, facilita a penetração da resina na restauração, aumentando o potencial de retenção mecânica do agente de cimentação resinosa (Ozcan, Vallittu, 2003; Kim et al., 2005; Ayad et al.,

2008). Esta união física, combinada a adesão química, obtida com o agente silano, fornece uma alta resistência de união entre os componentes da restauração (Ayad et al., 2008). Diferentes tratamentos de superfície são indicados para melhorar esta adesão, como o jateamento ou o ataque ácido (Stangel et al., 1987; Aida et al., 1995).

O condicionamento com HF dissolve a fase vítrea e expõe os cristais de dissilicato de lítio, os quais funcionam como elementos retentivos. O conteúdo de sílica nas cerâmicas de dissilicato de lítio é de aproximadamente 60%, permitindo resistência de união adequada com o cimento resinoso, não havendo assim necessidade de jateamento com sílica (Kim et al., 2005). Cuidados adicionais devem ser tomados nesta etapa, como a seleção adequada da concentração do ácido, o tempo de condicionamento (Addison et al., 2007, Hooshmand et al., 2008), a eliminação completa do HF (Flor et al., 2003, Saavedra, 2008) e dos precipitados ácidos da superfície cerâmica (Ozcan, Vallittu, 2003; Magne, Cascione, 2006). Os precipitados ácidos formados após o condicionamento vão se depositar na superfície adesiva, o que pode acarretar no enfraquecimento da união entre cimento resinoso e cerâmica, levando a ocorrência de falhas clínicas (Phoenix, Shen, 1995; Belli et al., 2010). A omissão de um protocolo de limpeza da superfície cerâmica pós-condicionamento resulta em mais de 50% de perda de resistência de união, porque o condicionamento ácido gera uma quantidade significativa destes detritos contaminantes (Magne, Cascione, 2006).

Os protocolos de limpeza pós-condicionamento podem ser realizados por meio de escovação, aplicação de ácido fosfórico, (Magne, Cascione, 2006), banho ultrassônico da cerâmica (Ozcan, Vallittu, 2003; Leite, 2005; Magne, Cascione, 2006; Saavedra, 2008; Zogheib, 2010) e/ou neutralização do precipitado (Ozcan, Vallittu, 2003; Saavedra, 2008; Zogheib, 2010). O banho ultrassônico associado à neutralização dos precipitados do HF resulta em maior resistência adesiva

entre a resina e cerâmicas, feldspáticas (Saavedra, 2006) ou a base de dissilicato de lítio (Flor et al., 2003). O processo de neutralização limita o efeito do HF na superfície cerâmica, criando um padrão de condicionamento regular e uniforme (poros e fendas), o que favorece o estabelecimento de um melhor embricamento mecânico entre o sistema adesivo e a cerâmica. Já a limpeza sônica, por sua vez, favorece a remoção do precipitado ácido e do sal, formados pela reação com o neutralizador na superfície cerâmica, facilitando assim a penetração do agente de união pelos poros pré-formados pelo condicionamento (Saavedra, 2006).

Por outro lado, a indicação clínica do agente neutralizador associado ao banho sônico como protocolo pré-cimentação não se faz necessária do ponto de vista de resistência à fratura de coroas cerâmicas (Zogheib, 2010), porém nenhum tipo de envelhecimento foi realizado neste estudo. Os ensaios laboratoriais de ciclagem mecânica e de resistência à fratura das coroas de dissilicato de lítio, podem ser utilizados como parâmetro estimativo do sucesso clínico a longo prazo deste material (Bindl et al., 2006; Aboushelib et al., 2007; Fasbinder et al., 2010).

Meios seguros e efetivos de se eliminar os precipitados ácidos devem ser estudados (Phoenix, Shen, 1995), e os efeitos destes protocolos devem ser avaliados a longo prazo (Saavedra, 2008). Além disso, existem poucos de estudos que utilizam modelos mais próximos da realidade bucal (Kim et al., 2005), incluindo envelhecimento termomecânico sobre coroas cerâmicas.

Quando as restaurações indiretas são cimentadas clinicamente, ficam expostas a condições adversas. O envelhecimento artificial pode ser realizado para simular as situações do uso das restaurações *in vivo*, ou seja, em ambiente bucal. Entre os procedimentos que podem ser utilizados podemos citar a ciclagem mecânica e a térmica, que determinam a sobrevida do material restaurador ao longo do tempo

(Rosentritt et al., 2009). A simulação da utilização clínica é realizada em máquinas cicladoras, podendo ser por meio de uma única máquina (cicladora termomecânica), na qual a carga é aplicada sobre o corpo de prova enquanto ocorre a variação térmica pré-estabelecida.

Desta forma, este estudo *in vitro* buscou realizar uma análise, mais próxima da realidade clínica, dos efeitos do tratamento de superfície pós condicionamento, a longo prazo, em coroas cerâmicas cimentadas a dentes humanos.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Esta revisão de literatura foi dividida em três partes de acordo com o tema abordado. Inicialmente, foram resumidos todos os artigos encontrados sobre o desempenho laboratorial e clínico das coroas unitárias de dissilicato de lítio, uma vez que foram confeccionadas coroas de dissilicato de lítio neste estudo. Em seguida, os artigos clássicos que relataram os tratamentos de superfície realizados em diversas cerâmicas e os trabalhos que discutiram os tratamentos de superfície especificamente nas cerâmicas à base de dissilicato de lítio foram resumidos, para que assim fosse possível descrever também os trabalhos que dissertaram sobre a importância da realização de protocolos de limpeza pós-condicionamento. Por fim, procurou-se justificar a parte da simulação dos tecidos de suporte dentário in vitro por meio de estudos sobre este tema.

2.1 Desempenho laboratorial e clínico das coroas de dissilicato de lítio

Atualmente, as restaurações confeccionadas com cerâmicas a base de dissilicato de lítio podem ser obtidas por meio de usinagem ou prensagem (Ritter, 2010). Estas restaurações se apresentam mais resistentes que as porcelanas feldspáticas tradicionais, e por serem monolíticas eliminam a ocorrência de lascamento, comuns

quando uma cerâmica de cobertura é utilizada sobre outra cerâmica mais resistente (Tysowsky, 2009; Culp, McLaren, 2010; Ritter, 2010).

A cerâmica de dissilicato de lítio para prensagem é indicada para *inlays*, *onlays*, facetas, coroas parciais, coroas anteriores e posteriores, pontes fixas de três elementos anteriores ou de pré-molares, e restaurações implantossuportadas. Nos casos de facetas, são capazes de ter uma resistência mecânica de 400 MPa com espessuras de 0,3 mm. Já as obtidas pela usinagem pelo sistema CAD/CAM, tem mesmas indicações, exceto para facetas e próteses parciais fixas, e levam a uma resistência de coroas totais unitárias de 360 MPa (Tysowsky, 2009).

Os testes *in vitro* que simulam as condições clínicas permitem uma estimativa eficiente inicial do material com características de uma restauração dentária (Rosentritt et al., 2006).

O estudo de Attia e Kern (2004) avaliou, *in vitro* a influência da fadiga cíclica associada à termociclagem e a utilização de três agentes cimentantes na resistência à fratura de coroas totalmente cerâmicas confeccionadas por dois sistemas diferentes. Cento e doze pré-molares humanos foram divididos em três grupos: 16 fizeram parte do grupo controle não restaurado; 48 dentes foram restaurados com cerâmica a base de dissilicato de lítio (Empress 2, Ivoclar Vivadent) prensada; e os outros 48 dentes com uma cerâmica a base de leucita (ProCad, Ivoclar Vivadent) usinada pelo sistema CAD/CAM. Os dentes foram preparados com 6° de inclinação axial, término em ombro com dimensão de 1,5 mm e altura ocluso-cervical de 5 mm. Os preparos foram incluídos em uma resina de poliéster, sendo que a mobilidade fisiológica foi reproduzida por meio da cobertura da raiz, 2 mm abaixo da junção amelo-cementária, com resina de goma (0,2 mm). As superfícies internas das coroas foram condicionadas (HF a 4.9% por 1 min), lavadas e submetidas a banho ultrassônico (60 s). O silano foi aplicado (Monobond S, Ivoclar Vivadent) e, as coroas foram subdivididas de acordo com o agente cimentante utilizado (n=16 por cerâmica): Panavia F, Superbond

C&B, ou ProTec CEM. Metade dos espécimes de cada subgrupo (n=8) foi submetido à simulação mastigatória (600.000 ciclos mecânicos a 1.2 Hz, com carga de 49 N, deslocando-se 0,3 mm, e 3500 ciclos térmicos entre 4°C e 58°C por 60 s cada). Todos os grupos foram submetidos a ensaio de compressão, com força aplicada no centro da coroa por meio de um pistão de 4 mm de diâmetro. A ciclagem não reduziu os valores de resistência a compressão dos dentes naturais, e das restaurações de ProCAD e de Empress 2 cimentadas por Panavia F. Somente os grupos que utilizaram outros cimentos tiveram redução significativa da resistência após a ciclagem. Não houve diferença significativa na resistência a compressão das coroas de ProCAD e Empress 2, independente do agente cimentante e da ciclagem.

Bindl et al. (2006) avaliaram a resistência mecânica e o padrão de fratura de coroas posteriores monolíticas, confeccionadas pelo sistema CAD/CAM cimentadas com cimentos resinosos ou cimentos não adesivos. Com o auxílio de um paralelômetro, dentes de acrílico foram preparados com ângulo de 6° de convergência axial, término cervical em ombro com 1 mm de tamanho, altura de 5 mm, e superfície oclusal plana. Após o escaneamento dos preparos, foram fabricadas coroas de cerâmica felspática (Mk II, Vita Zahnfabrik, Germany), a base de leucita (ProCAD, Ivoclar Vivadent) e de dissilicato de lítio (VP 2297, Ivoclar Vivadent). Metade das coroas foi cimentada com fosfato de zinco (De Trey, Dentsply) e a outra metade foi condicionada com HF (4.9%), silanizadas e cimentadas aos preparos com Panavia 21 TC (Kuraray). Os corpos de prova foram submetidos ao teste de resistência a compressão, e foram selecionados os valores (N) de resistência à fratura inicial e final. Os resultados indicaram os valores de resistência à compressão, tanto inicial quanto final foram estatisticamente maiores para as coroas cimentadas com cimento resinoso. As coroas de dissilicato de lítio apresentaram valores de resistência maiores do que das outras coroas cerâmicas quando cimentadas adesivamente. Nas imagens feitas com

auxílio de microscópio óptico foi possível observar que em todas as coroas, independente do tipo de cimentação, a fratura iniciou-se na linha de cimentação. Porém nas coroas cerâmicas cimentadas com fosfato de zinco, havia trincas que se originavam também fora da camada de cimentação. Foi concluído que o tipo de agente cimentante influenciou na resistência de coroas cerâmicas.

Laboratorialmente, Heintze et al. (2008) avaliaram a frequência das falhas de coroas para molares confeccionadas com dois sistemas cerâmicos à base de dissilicato de lítio (IPS Empress e uma cerâmica experimental com alta translucência) variando o perfil de aplicação de carga (dinâmica ou estática; 100N, variação de 40-100-40N ou 40-60-80-100N), o agente cimentante (cimento resinoso ou cimento a base de ionômero de vidro) e o perfil de aplicação da força (sinusoidal ou retangular). Os pilares foram confeccionados de polimetilmetacrilato, com forma de um preparo para coroa total com término em chanfro de 0,5 mm e convergência de 6°. As coroas cerâmicas foram fabricadas pela técnica da prensagem, e antes da cimentação, foram condicionadas com HF a 4,5% e silanizadas (Monobond S, Ivoclar Vivadent). A cimentação foi realizada com cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar Vivadent) ou com cimento de ionômero de vidro (Vivaglass PF, Ivoclar Vivadent). As coroas, ao final de cada 100.000 ciclos de aplicação de carga, eram submetidas à análise em estereomicroscópio para busca de traços de fratura. Os valores de resistência a fratura obtidos pelo teste estático foram submetidos à análise de Weibull. Só foram observadas fraturas no teste dinâmico nas coroas de IPS Empress, sendo que nem o perfil da aplicação de carga nem o tipo de agente cimentante tinham relação com a frequência de fraturas. Os valores de resistência a fratura obtidos no teste estático foram maiores e significativos para as coroas de IPS Empress cimentadas com cimento resinoso, quando comparadas as cimentadas com cimento de ionômero de vidro. Concluiu-se que: se coroas cerâmicas forem submetidas a um teste estático, não há a

necessidade de se fazer um envelhecimento artificial por meio de ciclagem mecânica; não houve diferença de resistência a fratura por teste estático entre as coroas de Empress cimentadas com cimento resinoso e as coroas de cerâmica experimental cimentadas com ionômero de vidro; somente as coroas de Empress, independente da cimentação ou do perfil de aplicação da carga, fraturaram no teste dinâmico; e os testes dinâmicos devem ser realizados por 2.400.000 ciclos, com perfil sinusoidal a 1 Hz e 100N de carga.

O objetivo do estudo de Guess et al. (2010) foi avaliar a confiabilidade e o comportamento a fadiga de coroas de dissilicato de lítio fresadas pelo CAD/CAM e de coroas de zircônia com cerâmica de cobertura. Foram preparados 40 modelos de resina composta (Tetric EvoCeram, Ivoclar Vivadent) com redução das paredes proximais de 1,5 mm e da superfície oclusal de 2,0 mm. O preparo foi escaneado pelo sistema CAD/CAM, e as coroas de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent; n = 19) e a infra-estrutura de Y-TZP (IPS e.max ZirCAD/Ceram, Ivoclar Vivadent; n = 21) foram fresadas. A infra-estrutura de zircônia foi coberta com cerâmica de cobertura (IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent) e na sua camada interna foi aplicado o Metal/Zirconia Primer (Ivoclar Vivadent). Já as coroas de dissilicato de lítio, antes da cimentação, foram submetidas a condicionamento com HF (5% por 20 s). Após a cimentação com cimento resinoso auto-adesivo (Multilink Automix, Ivoclar Vivadent), os espécimes foram armazenados em água por sete dias. Para determinar o perfil de tensão escalonada, três coroas por grupo foram submetidas ao teste de resistência a compressão. O teste dinâmico foi realizado em, ambiente úmido, com o pistão deslocando-se em sentido inferior na cúspide disto-bucal com frequência de 2 Hz. Depois da aplicação da carga, os espécimes eram avaliados em Estereomicroscópio. Os perfis de tensão para as coroas com zircônia foram: leve, que iniciou com 50 N e terminou com 750 N em 180.000 ciclos; moderado, começou com 100 N e terminou com 750 N, em

170.000 ciclos; e agressivo, que iniciou com 200N e terminou com 750 N, em 140.000 ciclos. Já para as coroas de dissilicato de lítio, os perfis de estresse iniciaram sempre 500 N e terminaram a 900 N (180.000 ciclos para o leve; 110.000 ciclos para o moderado; e 60.000 ciclos para o perfil agressivo). Quando não havia falhas no teste dinâmico, as amostras que restavam eram submetidas a um teste para determinar a carga onde 50% dos corpos de prova poderiam suportar 1.000.000 ciclos a 5 Hz. Durante o teste estático, as cerâmicas de dissilicato de lítio apresentaram resistência a 1.576 N e as de zircônia de 1.195 N. Nenhum dos perfis de estresse levou a fratura das coroas de dissilicato de lítio, e somente após aplicação de cargas próximas a 1.100 N por 1.000.000 de ciclos as coroas fraturavam. Já 90% das coroas com zircônia apresentaram fraturas na cerâmica de cobertura sob aplicação de 200 N por 100.000 ciclos. As coroas com infra-estrutura de zircônia foram muito susceptíveis ao envelhecimento mecânico, já as de dissilicato de lítio são mais resistentes a este tipo de envelhecimento. A confiabilidade clínica destas últimas é conseguida pela redução adequada do dente preparado para confecção de restauração cerâmica com espessura suficiente.

Estudos *in vitro* ajudam no desenvolvimento de materiais dentários, mas é a experiência dos pesquisadores que permite a avaliação dos resultados para estimar a principal aplicabilidade do material nas situações clínicas (Rosentritt et al., 2006). De fato, só os ensaios clínicos presumem a garantia final de um novo material, sendo necessário correlacionar os testes *in vitro* com a experimentação clínica (Rosentritt et al., 2006; Guess et al., 2010).

O objetivo do estudo de Taskonak e Sertgoz (2006) foi determinar a sobrevivência clínica de 20 coroas e 20 próteses parciais fixas confeccionadas de IPS Empress 2 por dois anos, em 15 pacientes. Os dentes foram preparados com término cervical, em ombro, com 1,5 mm e com redução oclusal de 2 mm e foram moldados com polivinilsiloxano, e auxílio de fio retrator. A superfície interna das

restaurações foi condicionada com HF a 5% por 60 s e silanizadas (Monobond S, Ivoclar Vivadent). Os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 37% por 30 s, e o sistema adesivo (Syntac, Ivoclar Vivadent) foi aplicado, antes da cimentação realizada com Variolink II (Ivoclar Vivadent). Quando uma coroa ou ponte fixa necessitava de ajustes após a cimentação, era excluída do estudo. Para avaliar a qualidade da restauração, foi utilizado o Critério de Saúde Pública dos Estados Unidos, onde é observado a forma anatômica, a adaptação marginal, reprodução da cor, textura da superfície, presença de cáries e sensibilidade pós-operatória. Além disso, foram avaliados os índices de placa e índice gengival. As restaurações foram avaliadas dois dias após a cimentação, e depois de um e dois anos. A taxa de sobrevivência das coroas foi analisada pelo teste de Kaplan–Meier. 50% das próteses parciais fixas e 100% das coroas estavam satisfatórias após dois anos. As fraturas das próteses parciais fixas estavam concentradas na infraestrutura. Além de fraturas, foi possível observar que a sensibilidade e a cárie foram fatores que não se alteraram com o tempo, diferente da forma anatômica, adaptação marginal, reprodução da cor e textura da superfície. As coroas não se fraturaram ou apresentaram cáries, porém, houve mudança na forma anatômica, desadaptação marginal, alteração na cor e na textura da superfície. Não houve significância entre o índice de placa e índice gengival no momento da cimentação e dois anos depois. A análise de Kaplan-Meier demonstrou que a taxa de sobrevivência para as próteses parciais fixas após dois anos foi de 50%. As coroas de Empress 2 tem performance clínica satisfatória, entretanto, para as próteses parciais fixas existe uma alta tendência de fratura nas regiões dos conectores.

O estudo retrospectivo de Valenti e Valenti (2009) avaliou o desempenho clínico das restaurações de dissilicato de lítio por dez anos. Foram cimentadas 263 coroas de Empress 2 (Ivoclar Vivadent) tanto anteriores quanto posteriores, em 146 pacientes por 10 anos, sendo

que dois pacientes foram excluídos do estudo. Os dentes foram preparados com término cervical em ombro de 1 a 2 mm, e redução oclusal ou incisal de 2 mm. Os dentes foram moldados com poliéter, e quando necessário foi utilizado fio retrator. As restaurações foram condicionadas com 5% de HF por 60 s e silanizadas (Monobond S, Ivoclar Vivadent). Os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 37%, e foi aplicado um sistema adesivo (Adper Scotchbond, 3M ESPE) e as coroas foram cimentadas com Variolink II (Ivoclar Vivadent). As coroas eram avaliadas quanto a alterações aparentes na integridade estrutural externa e marginal. Das 261 coroas, somente seis coroas tiveram que ser substituídas, o que resultou num índice de Kaplan-Meier de 95,5% em 10 anos. Houve também, após este período, alterações de cor, descoloração e desadaptação marginal. As coroas que falharam tiveram como causa a espessura delgada da restauração ou algum problema de ajuste oclusal realizado de forma incorreta. Foi concluído que a taxa de falha das coroas de dissilicato de lítio foi de 4,5%, o que é comparável as taxa de falhas coroas metalo-cerâmicas. Além disso, a performance clínica destas coroas foi considerada satisfatória.

O propósito do estudo de Etman e Woolford (2010) foi avaliar o desempenho clínico de coroas cerâmicas e metalocerâmicas por meio do método de Critério de Saúde Pública dos Estados Unidos. Para ser incluído no estudo, o paciente deveria necessitar de coroa total em dente posterior, com antagonista em dente natural, idade entre 20 e 60 anos, saúde oral e geral satisfatória, ausência de histórico de parafunção e disponibilidade para ir as consultas de retorno, de seis em seis meses. Foram restaurados 90 dentes (pré-molares ou molares), sendo que cada 30 restaurações eram confeccionadas com coping de cerâmica (Procera, Nobel Biocare) e cobertura de cerâmica feldspática (AllCeram, Degudent), 30 eram de liga metálica (Simidur S 2, Wieland Dental) cobertas por cerâmica feldspática (Ips Classic, Ivoclar Vivadent), e o restante foi confeccionado de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar

Vivadent). Para as coroas metalocerâmicas e de Procera AllCeram, os preparos tiveram ângulos internos arredondados, término em chanfro com profundidade de 0,8 a 1 mm, e redução oclusal de 2 mm. As coroas foram confeccionadas e tiveram sua superfície interna tratada de acordo com as recomendações do fabricante, para posterior cimentação com cimento resinoso (Panavia F, Kuraray). As restaurações foram avaliadas por dois examinadores, durante o três anos. Foi necessário somente a substituição de duas das 90 coroas cimentadas, sendo uma de Procera AllCeram e uma de IPS e.max, o que indicou uma longevidade destes dois sistemas de 96,6%. Já para as metalocerâmicas, a longevidade foi de 100%, porém houve a fratura de cerâmica de cobertura de uma coroa. A superfície das coroas de Procera AllCeram apresentaram-se rugosas, desgastadas e com a anatomia deformada nas áreas de contato oclusal. Foi concluído que as coroas de IPS e.max Press tem performance clínica semelhante as coroas metalocerâmicas e de Procera AllCeram por três anos. Além disso, as coroas de IPS e.max Press, são melhores que as de Procera AllCeram nos quesitos propagação de trincas e desgaste.

Fasbinder et al. (2010) e Reich et al. (2010), por sua vez, avaliaram a performance clínica de coroas posteriores de dissilicato de lítio confeccionadas pelo sistema CAD/CAM.

Fasbinder et al. (2010) realizaram um estudo não randomizado, longitudinal clínico, para avaliar o desempenho clínico de 23 coroas de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) cimentadas com um cimento resinoso auto-adesivo dual (Multilink Automix, Ivoclar Vivadent) ou 39 coroas cimentadas com um cimento experimental resinoso auto-adesivo dual (Ivoclar Vivadent). Os dentes foram preparados para coroa total com redução oclusal de, no mínimo 2 mm das cúspides funcionais, e 1,5 mm das cúspides não funcionais. No sulco central foi feita redução de no mínimo 1,2 mm, e o término cervical foi em ombro. Quando o dente apresentava grande perda de estrutura, eram confeccionados núcleos de preenchimento em resina composta. Os

preparos dentários foram escaneados, e as coroas foram condicionadas com HF a 4.9% por 20 s, lavadas e silanizadas (Monobond S, Ivoclar Vivadent). Os dentes também foram tratados antes da cimentação, de acordo com as instruções do fabricante. As avaliações foram feitas, de acordo com o Critério de Saúde Pública dos Estados Unidos, depois de seis meses, um ano e dois anos, por dois examinadores. Não houve fratura das coroas cerâmicas durante o período de avaliação, porém duas coroas perderam a retenção quando foram cimentadas com o cimento experimental. Concluiu-se que não houve fraturas ou lascamentos das coroas. Além disso, não houve sensibilidade pós-operatória nas avaliações após um e dois anos. As coroas de dissilicato de lítio confeccionadas por meio do sistema CAD/CAM se demonstraram satisfatórias após dois anos de utilização clínica.

Reich et al. (2010) cimentaram 41 coroas posteriores (31 molares e 10 pré-molares) de IPS e.max CAD LT em dentes vitais e tratados endodonticamente. Os preparos dentários foram escaneados, e as restaurações foram cimentadas com Multilink Sprint (Ivoclar Vivadent) após o tratamento de superfície cerâmica com condicionamento com HF a 4,9 % por 20 s e silanização (Monobond S, Ivoclar Vivadent). Após dois anos, duas coroas foram removidas, devido a perda de vitalidade do dente pilar. Das 39 coroas restantes, uma apresentou formação de cárie secundária. 95 % das coroas tinham a integridade marginal considerada com suficiente. O teste de Kaplan-Meier demonstrou uma taxa de sobrevivência destas coroas de 97,4%, uma vez que a presença de cárie pode ser considerada com falha da restauração. Como conclusão, os autores consideraram que a performance clínica deste tipo de restauração é semelhante à de outros sistemas cerâmicos.

2.2 A importância dos tratamentos de superfície nas cerâmicas e os protocolos de limpeza pós-condicionamento

Com a introdução dos materiais cerâmicos no mercado, há uma busca constante por melhorias em suas propriedades estéticas, mecânicas e adesivas. A adesão entre a superfície dentinária e a restauração cerâmica tem sido satisfatória nas cerâmicas ácido sensíveis graças ao condicionamento ácido, associado a aplicação de silano e a cimentação com cimentos resinosos. Ainda sim, muito têm se que questionado sobre o aprimoramento dessa união.

Inicialmente, pesquisava-se sobre os efeitos dos diferentes condicionadores ácido nas cerâmicas odontológicas. Edris et al. (1990) afirmaram que após o condicionamento é possível observar a formação de microporosidades na superfície cerâmica, responsáveis pelo seu posterior embricamento mecânico com a resina composta. Essa adesão física combinada com a adesão química obtida pela utilização do silano, segundo os autores, levava a uma alta resistência de união entre os componentes das restaurações cerâmicas. Embora naquela época, o uso do silano era questionado, o conceito da união física alcançada pelo condicionamento da superfície cerâmica era tido como verdade absoluta entre os pesquisadores e dentistas. Assim, a condicionamento efetivo da superfície cerâmica era considerado passo essencial para o sucesso destas restaurações, sendo mais usado para este fim o HF a 10%. Desta forma, o estudo dos padrões morfológicos das superfícies condicionadas poderia acrescentar informações para a obtenção do sucesso clínico com esses tipos de restaurações. Sob esta justificativa, o objetivo do estudo foi avaliar em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) as alterações na superfície produzidas pelos agentes condicionantes em três cerâmicas diferentes: Mirage, Vita VMK e Ceramco II. Foram confeccionados 12 quadrados (12 mm x 12 mm x 1 mm) de cada cerâmica e metade deles

foram submetidos a jateamento com óxido de alumínio até remoção total do glaze, e a outra metade foi jateada sem a remoção do glaze. Em seguida, as cerâmicas foram submetidas aos seguintes condicionamentos: Super Etch, composto por ácido nítrico, clorídrico e fluorídrico (90 s); Stripit, composto por HF e ácido sulfúrico (2 min); e Flúor Fosfato Acidulado (APF), contendo fluoreto de sódio, HF e ácido fosfórico (10 min). As imagens em MEV obtidas foram observadas por quatro avaliadores. As cerâmicas condicionadas com Super Etch tinham em sua superfície a presença de canais e poros com tamanhos entre 0,5 e 12 μm , sendo que os da Ceramco foram mais largos e profundos que o da Vita VMK e mais numerosos que o da Mirage. O padrão das superfícies condicionadas com Stripit e Super Etch foram semelhantes, mas com Stripit a morfologia da superfície se demonstrou mais pronunciada e agressiva, diferente do condicionamento com APF, que somente provocou leve rugosidade. As cerâmicas glazeadas se apresentaram menos rugosas quando comparadas aquelas que foram jateadas até a remoção total do glaze. Quando condicionadas, as cerâmicas perdem em maior quantidade a fase vítrea, e por isso ocorreu variação entre as cerâmicas testadas, pois suas composições eram diferentes. Foi concluído que diferentes cerâmicas não apresentaram o mesmo padrão superficial após o mesmo condicionamento; que o HF combinado com outros ácidos produzia padrões semelhantes nas três cerâmicas testadas; e que o APF produziu uma leve rugosidade na superfície.

O sucesso clínico de cimentação com a utilização do HF em restaurações cerâmicas não estava ainda conjugada com a utilização do silano. Por isso, Hayakawa et al. (1992) tiveram como objetivo avaliar os silanos, disponíveis no mercado, aplicados em três diferentes tipos de superfícies cerâmicas e comparar a resistência de união entre o compósito e a cerâmica. Discos de cerâmica (Lamina Porcelain Maskin, Shofu) com dimensões de 10 mm x 2 mm foram confeccionados e

submetidos aos tratamentos de superfície: 1 – polimento com lixa de carbeto de silício ; 2 – condicionamento com ácido fosfórico (60 s) após polimento; e 3 – condicionamento com HF (60 s) após polimento. Três diferentes silanos foram aplicados na superfície cerâmica: Cosmotech Porcelain Primer (GC), Laminabond Porcelain Primer (Shofu) e Optec Silane Coupling Agent (Jeneric-Pentron). Sobre a superfície tratada, foram posicionados anéis de silicone (3,2 mm x 2 mm) e em seu interior a resina composta foi inserida (Laminabond Composite Paste, Shofu) e fotopolimerizada. Além disso, foram preparados espécimes para servir como controle sem aplicação de nenhum silano. Após armazenagem em água a 37°C por 24 h, os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. As superfícies tratadas também foram submetidas à análise em MEV. Os corpos de prova condicionados com HF apresentaram maior resistência a adesiva, quando comparados aos espécimes submetidos aos outros tratamentos de superfície. No grupo controle, o uso do HF, quando comparado aos outros tratamentos, levou a valores maiores de resistência de união, mesmo sem a aplicação do silano. Os maiores valores de resistência de união encontrados foram para os espécimes condicionados com ácido fluorídrico e silanizados com o Optec Silane Coupling Agent. As imagens por MEV evidenciaram uma superfície plana com riscos nos espécimes polidos. O ácido fosfórico causou o mesmo efeito nas superfícies, já o HF levou a uma maior rugosidade na superfície.

Uma vez estabelecido o HF como condicionador padrão para as cerâmicas, questionava-se então qual o tempo de condicionamento adequado para este protocolo. O sucesso clínico de restaurações cerâmicas era dependente do desenvolvimento de uma união favorável entre a resina composta e a superfície cerâmica condicionada (Chen et al., 1998a). Mas será que um tempo excessivo de condicionamento não resultaria em efeitos deletérios? Por isso, Chen et al. (1998b) avaliaram o efeito dos diferentes tempos de condicionamento

na microestrutura de uma cerâmica usinada (Cerec 2 Vitablocs Mark II, tipos I10 e I8, Vita) e na resistência de união por cisalhamento entre esta cerâmica e uma resina composta. Cinquenta e quatro retângulos da cerâmica tipo I10 (10 mm x 8 mm x 2,5 mm) e 48 discos (8 mm x 2,5 mm) da cerâmica tipo I8 foram obtidos após corte dos blocos. Os espécimes então foram divididos em seis grupos, de acordo com o tempo de condicionamento com HF a 5%: 0, 5, 30, 60 e 180 s. Um espécime retangular de cada grupo foi examinado em MEV. Uma camada de cimento resinoso (Clapearl DC, Kuraray) de 50 µm foi aplicada sobre os espécimes retangulares, com diâmetro de 5 mm, e os discos cerâmicos foram cimentados. Após armazenamento em água destilada a 37°C por 24 h, os corpos de prova foram submetidos ao teste de cisalhamento e os modos de falha foram analisados em MEV. Foi visualizado que conforme se aumentava o tempo de condicionamento, melhor a superfície cerâmica se apresentava, sendo a melhor característica superficial aquela produzida pelo condicionamento por 120 s, com as cavidades produzidas distribuídas de forma equilibrada entre os cristais. Com 180 s, a superfície se apresentou muito condicionada, pois a delimitação dos cristais não se apresentou concisa. A resistência de união foi significativamente afetada pelo tempo de condicionamento, sendo que o grupo condicionado por 5 s apresentava sempre valores de resistência de união menores, e a maior média encontrada foi para o grupo condicionado por 120 s. Nos grupos condicionados por 60, 120, 180 s ocorreu fratura coesiva na cerâmica. Os valores de resistência de união para as cerâmicas não condicionadas foi igual a 0 MPa. As médias dos grupos condicionados por 0 e 5 s foram significativamente mais baixas do que as dos outros grupos. Os autores concluíram que de acordo com as análises em MEV, ocorreu um aumento na rugosidade da superfície conforme se aumenta o tempo de condicionamento; o cimento resinoso não se adere a cerâmicas não condicionadas, e que valores de resistência de união maiores que 30 MPa são atingidos por meio de condicionamento com HF por mais de 30 s.

Outras questões iam sendo levantadas, para a melhoria da adesão entre cimento resinoso e as cerâmicas feldspática, uma vez que os resultados do condicionamento com HF se mostravam promissores. Os questionamentos sobre a melhor concentração do HF foram também introduzidas nas pesquisas odontológicas, associadas as dúvidas sobre o processo de silanização. A combinação entre o tipo de condicionador, o tempo de condicionamento e a silanização foi avaliada por Chen et al. (1998a). A cerâmica feldspática VMK 68 (Vita) foi testada, por meio da confecção de 208 discos (10 x 2,5 mm). Foram realizados 16 tratamentos de superfície diferentes (n=8), sendo que o grupo controle foi constituído de nenhum condicionamento, com a utilização de adesivo (Clearfil New Bond, J Morita) ou de silano (Clearfil Porcelain Bond, J Morita); e os outros grupos foram condicionados com HF a 2,5% ou 5% por 30, 60, 90, 120, 150 ou 180 s, sendo que em metade o adesivo foi aplicado e na outra metade utilizou-se o silano. Para inserção da resina (Clearfil APX, J Morita) foram utilizados anéis de bronze (6 mm x 2 mm) que eram colocados sobre uma fita adesiva vazada com 5 mm de diâmetro na cerâmica. Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento e espécimes adicionais foram confeccionados e submetidos aos tratamentos propostos anteriormente para análise em MEV. A análise estatística revelou que a resistência de união foi influenciada pelo aplicação do agente de união (adesivo ou silano), pela concentração de HF e pelo tempo de condicionamento. O condicionamento melhorou significativamente a resistência de união dos grupos que não foram silanizados. Nos grupos não condicionados, a silanização foi capaz de aumentar a resistência de união. Nos grupos silanizados, a resistência de união não aumentou significativamente com maiores tempos de condicionamento. Os grupos não condicionados ou não silanizados apresentaram falhas nas interfaces adesivas. As cerâmicas condicionadas com HF a 5 % apresentaram mais retentivas na análise em MEV quando comparadas as condicionadas com HF a 2,5%, sendo que

estas últimas apresentaram os maiores valores de resistência de união quando comparadas as que foram condicionadas com HF de maior concentração. Concluiu-se que a resistência de união entre cerâmica e compósito sem a silanização aumentou consideravelmente com o uso de condicionadores, sendo mais efetiva com a concentração de 2,5 % e não foi melhorada com o aumento do período de condicionamento entre 30 s e 120 s; o uso do silano aumentou a resistência de união nas cerâmicas não condicionadas; os melhores resultados foram encontrados para aplicação de 2,5% de HF por 30 s, seguida de silanização; e a resistência de união não foi afetada nos grupos condicionados e silanizados pelo tipo de condicionador ou pelo tempo de condicionamento, exceto para os condicionados por 60 s e 150 s.

Porém, os resultados dos estudos mecânicos sobre adesão, variam de acordo com o material investigado ou com os métodos utilizados para esta avaliação, e os resultados são difíceis de serem comparados. Por este motivo, Jardel et al. (1999b) avaliaram os efeitos do HF na resistência de união de duas cerâmicas feldspáticas (GC, GC Dental Industry; e PVS, SS White) por meio de teste de tração. Para isto foram confeccionados 80 discos (5 x 4 mm) para cada cerâmica, e estes foram submetidos a queima unidos a discos de metais (para fixação na máquina de teste de tração). Os discos de cada cerâmica foram então divididos em quatro grupos (n=20), de acordo com o tratamento de superfície: nenhum tratamento; condicionamento com HF a 10% (5 min); silanização com Silicoup (Hearaeus Kulzer); e condicionamento e silanização. As cerâmicas foram cimentadas entre si, com a resina Super-Bond (Sun Medical) e armazenadas até o teste de microtração. Mais dez discos de GC e de PVS foram confeccionados e submetidos ao condicionamento ou a nenhum tratamento para o estudo da rugosidade. Para a cerâmica GC, houve diferenças significativas entre os grupos não polidos quando comparado ao grupo silanizado e condicionado/silanizado. O condicionamento foi menos efetivo que a silanização. Já para a PVS

todos os valores de resistência de união foram menores que os da GC. O condicionamento foi tão eficiente quanto à silanização, mas a combinação dos dois tratamentos aumentou a resistência de união. A cerâmica PVS apresentou o maior valor de rugosidade após o condicionamento ácido, pois apresentava maior fase vítrea que a GC. Foi concluído que as restaurações cerâmicas devem ser condicionadas com HF, lavadas com água, e imersas em banho ultrassônico por 3 min. Após a secagem, o silano deve ser aplicado e o solvente deve ser evaporado. Assim, serão obtidos melhores resultados clínicos.

Estas conclusões resultaram em uma abordagem inovadora para avaliação do fenômeno adesivo, correlacionando a resistência adesiva com o perfil topográfico criado pelo condicionamento. Entretanto para a obtenção da melhor resistência de união nos estudos mecânicos, o condicionamento isolado não constituiu um procedimento ideal, uma vez que a criação de cavidades retentivas na superfície cerâmica não foi suficiente para a penetração do cimento resinoso. O silano foi capaz de criar um vínculo entre o cimento resinoso e a cerâmica, levando a maiores valores de resistência de união e conseqüentemente a um melhor desempenho clínico (Jardel et al., 1999).

As diferenças na composição das cerâmicas irão também resultar em mudanças topográficas diferenciadas após o condicionamento. Por isto, um estudo que evidenciasse o padrão morfológico, microestrutural e composicional após o condicionamento ácido poderia acrescentar informações úteis na busca pelo sucesso clínico de restaurações cerâmicas indiretas (Della Bona, Anusavice, 2002). Della Bona, Anusavice (2002) então, testaram a hipótese de que ocorreriam mudanças no padrão da superfície cerâmica de acordo com o tipo de tratamento de superfície e com o tipo de cerâmica. Foram realizadas análises em MEV, imagem de retroespalhamento, Difração de Raio X, perfilometria ótica. De cada um dos 15 tipos de cerâmica (Vita VMK95 opaco, Vita Omega opaco, Vita VMK95 dentin, Vita Omega

dentin, Vitadur- α , Vitadur-N core, Vitadur-N dentin, Vita Hi-Ceram (todas da Vita); Mirage II Fiber, Mirage, Fortress (Mirage); Colorlogic, Ceramco II (Ceramco); IPS Classic (Ivoclar); e Duceram LFC (LC; Ducera)), confeccionou-se quatro discos (10 x 3 mm) que foram submetidos aos seguintes tratamentos: ausência de tratamento; condicionamento com HF 9.6% (2 min), lavagem (30 s), secagem; condicionamento com APF 4% (2 min), lavagem (30s), secagem; e condicionamento com Bifluoreto de Amônia (ABF) a 10% (1 min), lavagem (30s), secagem. A topografia superficial produzida pelo condicionamento seguiu um padrão distinto para cada condicionador. As irregularidades de superfície produzidas pelo condicionamento com HF foram em forma de poros. Esse padrão foi mais evidente nas cerâmicas contendo leucita. Os defeitos de superfície e a leucita são atacados preferencialmente pelo condicionador. Os valores de rugosidade foram altos para as cerâmicas condicionadas com HF, seguidos pelas condicionadas por ABF e APF. As superfícies condicionadas com ABF apresentaram grande número de sulcos, e as por APF desenvolveram depósitos na superfície principalmente sobre a fase de cristais de leucita, e esses resultados foram confirmados pela perfilometria ótica. As cerâmicas de infra-estrutura demonstraram menores mudanças na superfície após o condicionamento devido seu alto conteúdo de alumina. As diferenças na microestrutura e na composição cerâmica controlaram os fatores de desenvolvimento da retenção mecânica produzida pelo condicionamento e o mecanismo de condicionamento dos três condicionadores avaliados foi diferente, sendo que o HF produziu o padrão mais proeminente de condicionamento.

Mudar somente o padrão de rugosidade da superfície cerâmica pode não predizer o sucesso na adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso. Continuando sua linha de pesquisa, Della Bona et al. (2002) avaliaram se o tratamento com HF produzia maiores valores de resistência de união a tração independente da composição e microestrutura cerâmica e se o teste de resistência de união a tração é

adequado para avaliar a qualidade interfacial do sistema resina/cerâmica. Foram confeccionados 40 discos (das seguintes cerâmicas: Vita Omega opaque, Vita Omega dentin, Vitadur- α , Vitadur-N core, (todas da Vita); Mirage II Fiber, Mirage Fortress (Mirage); e Duceram LFC (LC; Ducera)) com dimensões 10 mm x 3 mm, e estes foram divididos em quatro grupos, de acordo com o tratamento de superfície: HF 9.6% (2 min); APF 4% (2 min); ABF 10% (1 min); e silano (Ceramic Primer, 3M). Após aplicação de uma resina sem carga (Scotchbond Multi-Purpose Plus, 3M) e inserção de cimento resinoso dual (RelyX ARC, 3M), os espécimes foram submetidos ao teste de tração. O grupo que foi tratado somente com silano apresentou valores maiores e significativos de resistência de união do que os outros grupos, e os grupos tratados com HF apresentaram valores maiores e significativos de resistência de união quando comparados aos grupos condicionados com ABF ou APF. Os modos de falha ocorreram predominantemente na área adesiva, o que indicou a melhor distribuição de força conseguida neste tipo de teste.

Embora ainda com algumas controvérsias, várias técnicas já haviam sido reportadas sobre as facilidades da adesão mecânica entre resina e cerâmica feldspática, e o mais recomendado era a aplicação do silano após o condicionamento com HF (Ozcan, Vallittu, 2003). Com o desenvolvimento de outros sistemas, com menor teor de leucita, maior concentração de alumina ou maior fase vítrea, o padrão superficial criado pelo condicionamento com HF se mostrou menos pronunciado (Della Bona, Anusavice, 2002). Por isso, outros métodos de condicionamento vinham sendo testados para avaliar seus efeitos na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso. Com este objetivo, Ozcan, Vallittu (2003) confeccionaram 36 discos (10 mm x 2 mm) para cada tipo de cerâmica: reforçada por leucita (Finesse, Ceramco), infiltrada por alumina (In-Ceram, Vita), infiltrada por zircônia (Celay, Vita), a base de dissilicato de lítio (IPS IPS Empress 2, Ivoclar) e duas com alto conteúdo de alumina (Procera AllCeram, Nobel; e Alumina experimental, Technical University).

Estes discos foram submetidos a três tratamentos de superfície: condicionamento com HF 9,5% (90 s) seguido de neutralização do precipitado, exceto para IPS Empress 2 que foi condicionado com HF 5% (20 s); jateamento com trióxido de alumínio); ou jateamento com sistema Rocatec (3M). Todos os grupos foram silanizados e nos grupos condicionados foi aplicado também um sistema adesivo (Heliobond, Vita). Os cilindros de cimento resinoso foram confeccionados sobre as cerâmicas (3,6 mm x 5 mm), e metade dos corpos de prova foram submetidos à termociclagem (6.000/5–55°C/30 s) antes do ensaio de cisalhamento. O tipo de cerâmica influenciou significativamente os valores de resistência ao cisalhamento. Sem ciclagem, as cerâmicas vítreas apresentaram maiores valores de resistência de união em todos os tratamentos de superfície. A ciclagem térmica influenciou significativamente a resistência de união, sendo que a IPS Empress 2 condicionada com HF apresentou a menor redução desses valores após termociclagem. A resistência de união após os tratamentos de superfície variou de acordo o tipo de cerâmica, o que confirmou que o uso do HF como método de escolha para cerâmicas com matriz vítrea. Além disso, o jateamento promoveu maiores valores de resistência de união para cerâmicas a base de alumina, porém melhores resultados foram encontrados após deposição de sílica associada ao silano (Sistema Rocatec). Por fim, a termociclagem reduziu os valores de resistência de união independente da cerâmica utilizada ou do tratamento de superfície.

As cerâmicas a base de dissilicato de lítio foram introduzidas no mercado odontológico por apresentarem benefícios como estética satisfatória, permitindo assim a confecção de restaurações monolíticas (Culp, McLaren, 2010). Nesta cerâmica, os cristais de dissilicato de lítio ficam dispersos em uma matriz vítrea de forma interlaçada impedindo a propagação de trincas em seu interior (Kina, 2005). Como a resistência de união entre cimento resinoso e restauração cerâmica pode variar de acordo o tipo de cerâmica (Ozcan, Vallittu, 2003),

surgiram estudos, como os de Spohr et al. (2003), com o objetivo de avaliar se o tratamento de superfície associado à silanização poderia melhorar a resistência de união entre uma cerâmica a base de dissilicato de lítio e um cimento resinoso. Para isto, foram confeccionados 120 discos (5,5 mm x 2,5 mm) de cerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar), estes foram divididos em seis grupos: 1 – jateamento com óxido de alumínio (partículas de 100 µm); 2 – jateamento (100 µm) e aplicação de silano (Scotchbond Ceramic Primer, 3M); 3 – jateamento (partículas de 50 µm); 4 - jateamento (50 µm) e silanização; 5 – condicionamento com HF 10% (20 s), lavagem (1 min), banho ultrassônico (20 min); 6 - HF 10% (20 s), lavagem (1 min), banho ultrassônico (20 min), e silanização. O adesivo Single Bond (3M) foi aplicado, e os discos cerâmicos foram cimentados entre si com cimento resinoso (Rely X ARC, 3M). Após 500 ciclos térmicos (5-55°C), os espécimes foram submetidos ao teste de tração e os modos de falha avaliados em estereomicroscópio. Os valores de resistência de união foram maiores para todos os tratamentos com silanização, sendo que os valores mais altos foram obtidos com HF, seguido pelos valores do jateamento com partículas de 50 µm. Foi concluído que a aplicação do silano foi efetiva para aumentar a resistência de união entre a cerâmica IPS Empress 2 e o cimento resinoso, sendo que sua combinação com condicionamento por HF fez esta união mais forte.

Como podemos ver, não só a rugosidade pode aumentar a capacidade de união de cerâmicas de dissilicato de lítio a compósitos, mas essa se constitui um fator importante, pois quanto mais rugosa se apresenta uma superfície, maior é sua molhabilidade (Phoenix, Shen, 1995). Especificamente para as cerâmicas de dissilicato de lítio, o comportamento ao molhamento após o condicionamento e a silanização foi avaliado por Della Bona et al. (2004). Oitenta lâminas cerâmicas (8 x 15 x 1.5 mm) de IPS Empress 2 foram confeccionadas e divididas em grupos de acordo com a presença ou não de silanização, a utilização de

resina ou líquido para avaliação do ângulo de contato e ausência de condicionamento ou condicionamento com HF ou APF. A resina molhou a superfície sem silano por completo, e o condicionamento tanto com HF quanto com APF reduziu o ângulo de contato, sendo que a silanização aumentou este ângulo. Foi concluído que a superfície cerâmica silanizada apresenta menor energia de superfície, e por isso não melhora a união da cerâmica com a resina.

Mais estudos foram realizados também com a cerâmica IPS Empress 2, e com outras cerâmicas a base de dissilicato de lítio. Filho et al. (2004) se destacaram por estudar os efeitos dos tratamentos de superfície em uma cerâmica de dissilicato de lítio por meio de teste de microtração, uma vez que este teste apresenta melhor distribuição de força na interface adesiva. Quatro blocos de IPS Empress 2 foram jateados com óxido de alumínio, e submetidos à ausência de tratamento; condicionamento com HF 9,5% (20 s); silanização (Relyx Ceramic Primer, 3M); ou os dois tratamentos anteriores associados. Após aplicação de adesivo (Scotchbond, 3M), utilizou-se uma resina composta (Filtek Z250, 3M) para unir os blocos cerâmicos, que foram cortados e submetidos ao teste de microtração. O grupo sem tratamento não resistiu aos cortes, e a média de resistência de união foi estatisticamente maior para o grupo condicionado e silanizado, seguido pelo grupo silanizado. A silanização foi considerada o fator mais significativo para resistência de união, sendo que acompanhada por HF levou a valores mais altos de resistência de união entre resina composta e cerâmica de dissilicato de lítio, e o jateamento sozinho não foi efetivo.

Nagai et al. (2005) corroboraram com os achados do estudo de Filho et al. (2004) uma vez que concluíram que a união duradoura entre dois tipos de cimentos e cerâmicas de dissilicato de lítio é obtida graças a combinação de HF com silano. Seu objetivo foi avaliar os efeitos dos tratamentos de superfície químicos e mecânicos na resistência de união após termociclagem de cerâmicas IPS Empress 2 associadas a

dois agentes cimentantes. Foram confeccionados 240 pares de discos cerâmicos (7 x 3 mm e 5 x 2 mm) para serem submetidos a três tratamentos de superfície: condicionamento com ácido fosfórico (60 s); HF (20 s); ou jateamento com alumina (10 s). A partir disto, metade dos discos foi cimentada com Variolink II e a outra metade com Super Bond C& B, sendo que parte deles foi submetida à silanização. Cento e vinte pares foram termociclados (5°C-55°C/10.000 ciclos) antes do teste de cisalhamento. Os grupos condicionados com HF demonstraram maior resistência de união ao cisalhamento quando comparados aos que receberam outros tratamentos de superfície, sendo que a termociclagem enfraqueceu muito a união dos grupos não silanizados. Os grupos cimentados com Variolink II apresentaram os maiores valores de resistência de união quando comparados com os cimentados com Super Bond, independente do tratamento de superfície. Na análise em MEV, o condicionamento com ácido fosfórico deixou a superfície cerâmica levemente rugosa, com HF a superfície apresentou um aspecto quebradiço, e o jateamento produziu uma relevo irregular com perda estrutural.

O jateamento com óxido de alumínio pode ser complementado pelo jateamento com partículas de sílica, embora o conteúdo de sílica das cerâmicas de dissilicato de lítio seja suficiente pela obtenção de uma adesão confiável entre a resina composta e a cerâmica (Panah et al., 2008). Para testar essa prerrogativa, Kiyan et al. (2007) avaliaram a resistência de união entre dois sistemas cerâmicos diferentes, In-Ceram (Vita) e IPS Empress 2 (Ivoclar), e um cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície. Foram fabricados 30 espécimes cônicos (dimensão menor 5 x 4 mm e dimensão maior de 6 x 4 mm) de cada cerâmica, e estes foram submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: jateamento com óxido de alumínio (10 s); jateamento com óxido de alumínio (10 s) associado ao jateamento com Rocatec (10 s) e jateamento com óxido de alumínio (10 s) e condicionamento com HF 10%

(2 min). Em seguida, o silano (Relyx Primer, 3M) foi aplicado e cones de cimento resinoso (Relyx, 3M) foram confeccionados sobre a superfície tratada com auxílio de uma matriz de teflon. Após 1100 ciclos térmicos (5°C - 55°C), os espécimes foram submetidos ao teste de tração. Quatro blocos de cada cerâmica foram confeccionados para análise dos tratamentos de superfície em MEV. Todos os espécimes de In-Ceram condicionados com HF falharam na termociclagem, e o grupo jateado com óxido de alumínio e Rocatec apresentou maiores valores de resistência de união. Já para a cerâmica IPS Empress 2, os espécimes condicionados com HF tiveram os valores maiores e significativos de resistência de união quando comparados aos dos outros grupos. A análise em MEV demonstrou que a cerâmica IPS Empress 2 apresentou menor rugosidade quando comparada ao In-Ceram, independente do tipo de tratamento superficial. O jateamento com Rocatec e o condicionamento com HF deixaram as superfícies cerâmicas da In-Ceram e da Empress 2 mais rugosas respectivamente, o que corroborou com os resultados do teste de resistência de união.

Alguns autores realizaram a termociclagem com o objetivo de enfraquecer a união entre cerâmicas de dissilicato de lítio tratadas superficialmente e compósitos (Meyer-Filho et al., 2004; Kiyan et al., 2007). Outros autores armazenaram uma parte de seus espécimes em água por um dia a 37°C enquanto o restante era submetido à termociclagem para comparação dos resultados (Ozcan, Vallittu, 2003; Nagai et al., 2005). Mas Salvio et al. (2007), de forma inédita, armazenaram os corpos de prova em água por um ano, para avaliar se a durabilidade da resistência de união do complexo cerâmica (submetida a tratamentos de superfície)/cimento resinoso poderia reduzir após um longo período de armazenamento em água. Os 180 cilindros de IPS Empress 2 (Ivoclar) foram condicionados com HF 10% (20 s), ou jateados com óxido de alumínio com partículas de 50 µm ou 100 µm (5 s). Os pares cerâmicos foram cimentados com Variolink II (Ivoclar) após

aplicação de silano (Monobond S, Ivoclar) e adesivo (Heliobond, Ivoclar), sendo que metade dos espécimes foi armazenada em água destilada a 37°C por um ano, antes do teste de tração. Os valores de resistência de união foram menores para os grupos armazenados em água por um ano, sendo que o grupo condicionado apresentou valores maiores de resistência de união antes e após armazenamento, seguido pelo jateamento com óxido de alumínio com partículas de 50 µm.

Acrescentando ainda resultados sobre os tratamentos de superfície na resistência de união entre cerâmicas de dissilicato de lítio e compósitos, Panah et al. (2008) realizaram o teste de cisalhamento, tendo como hipótese nula a diferença não significativa nessa resistência de união após os diversos tratamentos de superfície. Estes foram realizados sobre placas de IPS Empress 2 (7 x 7 x 1 mm), que foram alocadas em oito grupos (n=10): ausência de tratamento; jateamento com óxido de alumínio (10 s); condicionamento com HF 9.6% (30 s); silanização (Monobond S, Ivoclar); jateamento associado a condicionamento com HF; jateamento associado a silanização; condicionamento com HF associado a silanização; e jateamento, condicionamento e silanização. Após a aplicação de adesivo (Heliobond, Ivoclar) foram confeccionados cilindros (0,8 x 0,5 mm) de resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar) sobre as superfícies tratadas, e os espécimes foram submetidos ao teste de microcisalhamento. Entre os grupos onde foi aplicado HF e silanização, jateamento e silanização, e estes três tratamentos associados não houve diferença estatisticamente significativa para os resultados de resistência de união, sendo que os valores médios destes grupos foram maiores e significativos quando comparados aos dos outros grupos. Os autores rejeitaram a hipótese nula, uma vez que os tratamentos de superfície não foram semelhantes entre si, sendo o jateamento seguido pelo condicionamento com HF e silanização a combinação que resultou nos maiores valores resistência de união.

Por fim, Torres et al. (2009) avaliaram a resistência de união ao microcissalhamento de diferentes cerâmicas, submetidas a diferentes tratamentos de superfície, a cimentos resinosos. De cada cerâmica (IPS Empress 2, Ivoclar; Cergogold e Cercon, Degussa Dental; In Ceram Alumina, Vita) foram confeccionados 20 espécimes retangulares, e estes foram jateados com óxido de alumínio antes de serem submetidos a: ausência de tratamento (controle); condicionamento com HF 9,5% de acordo com as informações do fabricante para cada cerâmica; e jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μm / 15 s). Três espécimes de cada cerâmica, após o tratamento de superfície foram analisados em MEV. Um primer ácido e um agente silano (Porcelain Bond, Kuraray) foram aplicados sobre a superfície tratada, e cinco cilindros de Panavia Fluoro Cement (Kuraray) foram fotopolimerizados sobre cada superfície. Os resultados do teste de resistência de união demonstraram que as superfícies condicionadas ou jateadas apresentaram valores maiores e significativos que os dos grupos controle. Para a cerâmica a base de zircônia (Cercon), a superfície condicionada levou a menor média de resistência de união, e o jateamento levou a maior média de resistência de união. O jateamento também levou a uma maior resistência de união da cerâmica In-Ceram. Já as cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspática (IPS Empress 2 e Cercogold) apresentaram os melhores resultados após o condicionamento. Em MEV, as superfícies condicionadas da IPS Empress 2 e Cercogold apresentaram respectivamente cristais alongados com irregularidades superficiais, e topografia em forma de favos de mel. Concluiu-se que o jateamento aumenta a resistência adesiva entre cimento e as cerâmicas avaliadas no estudo, sendo que o condicionamento com HF não foi eficaz para a cerâmica a base de zircônia.

Embora o condicionamento ácido tenha sido consagrado como responsável pelo aumento da resistência de união de compósitos a

cerâmicas de dissilicato de lítio, era importante que se estabelecesse como este tratamento afetaria as propriedades mecânicas dos sistemas cerâmicos, uma vez que a resistência mecânica é um fator importante para o sucesso clínico (Hooshmand et al., 2008). Assim, Hooshmand et al. (2008) justificaram seu objetivo, que foi avaliar o efeito do condicionamento ácido na resistência a flexão biaxial de duas cerâmicas prensadas (IPS Empress, a base de leucita e Empress 2, a base de dissilicato de lítio). Foram confeccionados 40 discos cerâmicos para cada cerâmica, sendo que 20 deles foram condicionados com HF 9% por 2 min. Os valores de resistência encontrados para IPS Empress 2 foram significativamente maiores que os da IPS Empress, e a resistência a flexão biaxial reduziu significativamente após o condicionamento nas duas cerâmicas testadas. Foram realizadas imagens representativas das cerâmicas, sendo que na de dissilicato de lítio foi possível visualizar prolongamentos dos cristais de dissilicato sobressaindo da matriz vítrea. Foi concluído que o condicionamento com HF poder ter um efeito fragilizador na resistência de cerâmicas a base de leucita ou dissilicato de lítio.

Além da resistência a flexão após o tratamento de superfície, outras propriedades foram avaliadas, como a rugosidade. O objetivo de Zogheib et al. (2011) foi examinar o efeito dos diferentes tempos de condicionamento com HF na resistência a flexão e na rugosidade de uma cerâmica de dissilicato de lítio. Setenta e cinco barras (16 mm x 2 mm x 2 mm) foram confeccionadas após os cortes de blocos de IPS e.max CAD (Ivoclar). Foram então formados cinco grupos: Grupo A – sem tratamento de superfície (controle); Grupo B, C, D e E foram condicionados com HF por 20 s, 60 s, 90 s, e 180 s respectivamente. Os espécimes foram avaliados em MEV, em rugosímetro e por último, submetidos ao teste de flexão três pontos. Os menores valores de rugosidade foram encontrados no Grupo A e os maiores no Grupo E, sendo que entre os Grupos B e C, C e D, e D e E não tiveram diferenças

significativas entre si. A resistência flexural média foi significativamente maior para o Grupo A quando comparado aos grupos D e E. A análise em MEV confirmou os achados no teste de rugosidade, uma vez que houve uma maior dissolução da fase vítrea com o aumento do tempo de condicionamento. Foi concluído que o tempo de condicionamento afetou a resistência a flexão e a rugosidade da cerâmica a base de dissilicato de lítio.

No início dos estudos sobre condicionamento ácido, já se tinha a preocupação sobre a possível formação de precipitados ácidos, pois estes resíduos podem se depositar na superfície adesiva, o que leva ao enfraquecimento da união entre cimento resinoso e cerâmica, e consequentemente em falhas clínicas. Os meios seguros e efetivos de se eliminar esses precipitados devem ser estudados (Phoenix, Shen, 1995).

Por isso, Aida et al. (1995) foram pioneiros em avaliar o efeito da limpeza pós condicionamento em ultrassom. Os autores se propuseram a comparar a resistência de união entre um compósito e uma cerâmica, quando a cerâmica foi submetida a cinco tipos de tratamentos de superfície e a aplicação do silano. As condições da superfície foram analisadas em MEV. Os discos cerâmicos (Laminabond, Shofu), com dimensões de 10 x 2 mm, foram divididos em cinco grupos: polidos, com lixas de carbetto de silício; condicionados com ácido fosfórico (60 s) e lavados (10 s); condicionados com ácido fosfórico (60 s), lavados (10 s) e imersos em banho ultrassônico por 20 min; condicionados com HF (60 s) e lavados (10 s); e condicionados com HF (60 s), lavados (10 s) e imersos em banho ultrassônico por 20 min. As cerâmicas foram divididas novamente em três subgrupos, nos quais foram utilizados diferentes silanos, um experimental a base de etanol e dois comercialmente disponíveis (Porcelain Liner M – Sunmedical e Tokuso Ceramic Primer - Tokuyama). Sobre a superfície cerâmica, foi posicionado um anel de silicone (3,2 x 2 mm) onde a resina foi inserida e fotopolimerizada. Os resultados do teste de cisalhamento demonstraram que o grupo polido e

silanizado com silano experimental tiveram resistência de união igual a zero, sendo que os grupos condicionados com HF apresentaram os maiores valores de resistência de união. Nos outros grupos onde os silanos comerciais foram utilizados, não houve diferença estatística significativa entre os tratamentos de superfície utilizados. O banho ultrassônico não afetou os valores de resistência de união. A superfície polida apresentou-se em MEV como uma superfície plana, com sulcos. O ácido fosfórico não provocou modificações na superfície, enquanto o HF levou a uma maior rugosidade da superfície cerâmica, sem diferenças entre os grupos com e sem banho ultrassônico. Os resultados deste estudo indicaram que o condicionamento ácido de cerâmicas não é necessário como tratamento de superfície para melhorar a adesão entre resina e cerâmica, e que a presença de ligações siloxanas com utilização do silano é importante para adesão entre cerâmica e resina

Diferente de Aida et al. (1995), Peumans et al. (1999) observaram em MEV a presença de precipitados ácidos sobre a superfície cerâmica condicionada. Com o objetivo de encontrar explicação para a retenção satisfatória de facetas cerâmicas e sua suscetibilidade à microinfiltração, os autores analisaram qualitativamente as interfaces entre dente/cimento e cerâmica/cimento. A superfície da cerâmica tratada e a superfície dentária condicionada e preparada para facetas de porcelana foram examinadas em MEV. Em um segundo momento, foi feito um exame ultramorfológico da interface dente/cimento/cerâmica após condicionamento da interface com feixe de íon-argônio e visualização das subestruturas em MEV. Dois sistemas adesivos (fotopolimerizado e dual) também foram comparados ultramorfologicamente. Quatro discos de cerâmica (GC Cosmotech Porcelain, GC), de dimensões de 10 mm x 1 mm, foram inseridos em quatro grupos para análise em MEV: 1 – nenhum tratamento; 2 – condicionamento com HF (Porcelain Etch, Ultradent) a 9,5% por 60 s; 3 – o mesmo tratamento do grupo 2, seguido de banho ultrassônico por 60 s;

4 – o mesmo que o grupo 3, porém seguido da silanização (Scotchbond Ceramic Primer, 3M) por 3 min. Foi realizado preparo para faceta em sete dentes humanos anteriores, e após condicionamento com ácido fosfórico a 35%, os preparos também foram analisados em MEV. Outros 12 dentes foram preparados e condicionados, sendo que foi aplicado em seis dentes um sistema adesivo fotoativado de passo único (Scotchbond Multi-Purpose, 3M) e nos outros seis dentes um sistema adesivo dual (Scotchbond Multi-Purpose Plus, 3M). As facetas cerâmicas, após o mesmo tratamento executado no grupo 4, foram cimentadas aos dentes com cimento resinoso Opal (3M). Seis dentes de cada grupos foram seccionados para análise de microinfiltração, após condicionamento da interface, com feixe de íon-argônio, e para análise em MEV. Após o condicionamento com HF, as superfícies cerâmicas demonstraram microestrutura esponjosa amorfa com numerosas microporosidades. Os resíduos que estavam soltos na superfície foram removidos após o banho ultrassônico, revelando erosões profundas e porosidades maiores e interconectadas, e este padrão não foi alterado após a silanização. O esmalte aprismático cervical apresentou o menor potencial de impregnação e aderência a resina. Entretanto, o descolamento da restauração não foi observado em nenhuma área onde o sistema adesivo dual foi utilizado. A superfície cerâmica condicionada apresentou-se mais retentiva que a superfície dentária, sendo que o esmalte cervical e a dentina apresentaram textura superficial menos reativa a resina. A interface cerâmica/cimento resinoso/dente apresentou uma forte interdigitação do cimento resinoso na cerâmica condicionada e silanizada e no dente condicionado.

Mas será que a banho ultrassônico é mesmo necessária, ou os precipitados ácidos podem ser removidos apenas com jato de água? Esse questionamento justificou o estudo de Canay et al. (2001) que tinha como propósito a caracterização em MEV das superfícies cerâmicas tratadas, e Análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva

(EDS) dos efeitos do tempo de condicionamento, do tratamento com silano e do banho ultrassônico nas superfícies. Foram confeccionados 24 discos de porcelana CeramCo II (7 x3 mm) pela técnica de estratificação. Os discos foram divididos em 12 grupos (n=2), sendo que os grupos 1, 2, 3 e 4 foram condicionados com APF por 10 min; os grupos 5, 6, 7, 8 foram condicionados com HF a 9,5% por 1 min, e por último, os grupos 9, 10, 11 e 12 foram condicionados com HF por 4 min. Os protocolos de limpeza pós condicionamento foram: lavagem com água destilada por 10 s; lavagem com água destilada por 10 s e aplicação de silano; lavagem com água destilada por 10 s e banho ultrassônico por 1 min; lavagem com água destilada por 10 s, banho ultrassônico por 1 min e aplicação do silano. Inicialmente, foram realizadas fotomicrografias das superfícies condicionadas por HF e por APF em MEV. Após os protocolos de limpeza, novas imagens foram colhidas para observar se havia mudanças na composição das superfícies. Os picos de concentração relativa dos elementos foram avaliados por EDS e comparados com a morfologia cristalina. O ácido criou mais irregularidades na superfície, e foram observadas diferentes resultados entre os tipos de ácido e o tempo de condicionamento empregado. O APF afetou a superfície, porém foi insuficiente para criação de uma superfície adesiva micro-mecânica em comparação com HF. O HF deixou a superfície irregular, mostrando um entrelaçado tridimensional de canais e espaços vazios, que se apresentaram maiores nas amostras tratadas com HF por 4 min. A aplicação do silano causou uma diminuição dos ângulos agudos, e deixou uma superfície mais fosca. O banho ultrassônico foi capaz de remover os precipitados ácidos. Na análise por EDS foi verificado que os picos de flúor, encontrados nos grupos que só foram limpos com água destilada, não apareciam nos grupos que foram submetidos a banho ultrassônico. Além disso, os picos de flúor foram maiores nos grupos condicionados com HF por 4 min. Os precipitados ácidos foram produtos da reação de fluorossilicato de Na, K, Ca, Al. A limpeza ultrassônica foi efetiva na

remoção desses precipitados, enquanto que somente a lavagem com água destilada resultou em um conteúdo remanescente de precipitados de flúor na superfície. A realização do banho ultrassônico deixou a superfície cerâmica mais penetrante. Foi concluído que, baseado na qualidade da superfície condicionada, o condicionamento por 1 min pode levar a uma rugosidade adequada. Aumentar o tempo de condicionamento por 4 min produz irregularidades pontiagudas, que podem levar a concentração de estresse e conduzir a fratura da cerâmica. Adicionalmente, a remoção dos precipitados ácidos só foi possível após banho ultrassônico.

Outra forma de eliminação dos precipitados ácidos, pode ser a neutralização da superfície cerâmica. Com base nisto, o objetivo do estudo de Flor et al. (2003) foi verificar a influência da neutralização do HF com bicarbonato de sódio na resistência à microtração entre um cimento resinoso (RelyX, 3M/ESPE) e uma cerâmica vítrea (IPS Empress II, Ivoclar). Foram confeccionados 14 blocos cerâmicos (6 x 6 x 6 mm), que foram duplicados em blocos idênticos de resina composta (3D Master, Wilcos). Uma face de cada bloco cerâmico foi condicionada com HF 10% por 20 s, seguido por lavagem e secagem. Os blocos foram divididos em 2 grupos: G1 - o silano (Primer Ceramic, 3M/ESPE) foi aplicado na superfície cerâmica e os blocos de resina foram cimentados; e G2 - os blocos cerâmicos permaneceram em solução de bicarbonato de sódio por 1 min e foram lavados antes da aplicação do silano e a cimentados aos blocos de resina. Após um período de armazenagem em água destilada por 7 dias a 37 °C, os conjuntos foram seccionados para obtenção dos palitos. Os resultados do teste de microtração demonstraram que G1 apresentou valores estatisticamente menores de resistência de união quando comparado ao G2. Foi concluído que a neutralização aumentou a resistência adesiva entre o cimento e a cerâmica vítrea.

Oh e Shen (2005) foram mais ousados na utilização de protocolos de limpeza pós condicionamento para avaliar a resistência de união entre compósito e cerâmica. Em um estudo preliminar, visualizaram que o ângulo de contato de um adesivo sobre a superfície de uma cerâmica odontológica foi menor após limpeza por aquecimento do que após limpeza por jato de água vaporizado por pressão. Assim, os autores tiveram como objetivo testar a hipótese de que a limpeza por aquecimento da superfície cerâmica poderia aumentar a resistência de união desta a resina, quando comparada a limpeza por jato de água vaporizado por pressão. Foram confeccionados 16 blocos retangulares (6 x 6 x 8 mm) das cerâmicas de cobertura e 16 de infra-estrutura a base de leucita. A superfície de cada cerâmica foi submetida aos seguintes tratamentos: ausência de tratamento; jateamento com óxido de alumínio (50µm); condicionamento com HF a 5% por 2 min; e jateamento combinado com condicionamento com HF. Assim, os blocos foram divididos em dois subgrupos de acordo com o protocolo de limpeza, os quais foram: aquecimento com maçarico por 2 s; e limpeza com água vaporizada por pressão (controle). O adesivo (Heliobond) foi aplicado sobre a superfície antes da confecção dos blocos de resina Tetric Ceram. Todos os espécimes do grupo sem tratamento de superfície sofreram falha pré-teste. Os resultados do teste de tração evidenciaram que a resistência de união dos espécimes da cerâmica de infra-estrutura foi maior e significativa do que a encontrada para a cerâmica de cobertura. A limpeza por aquecimento demonstrou valores maiores de resistência de união que a limpeza por jato de ar, independente do tratamento de superfície ou do tipo da cerâmica. O jateamento combinado com o condicionamento também levou a maiores valores de resistência de união. Foi concluído que a limpeza por aquecimento da superfície cerâmica, após os tratamentos de superfície, aumentou a resistência de união entre cerâmicas e resina composta.

Segundo Leite (2005), a limpeza com água destilada em ultrassom aumentou a resistência adesiva, independentemente do tempo de condicionamento da superfície cerâmica com HF. Concluiu ainda que a resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso não foi influenciada por diferentes tempos de condicionamento com HF. Foram confeccionados 48 blocos (6,4 x 6,4 x 4,8 mm) de cerâmica feldspática (VM7, Vita). As superfícies foram condicionadas com HF a 10%, por 20 s, 1 min ou 2 min, sendo que metade dos blocos foram submetidos a limpeza em banho ultrassônico por 4 min. O silano (Porcelain Primer, Bisco) foi aplicado, e os blocos de cerâmica foram cimentadas com cimento resinoso (RelyX ARC, 3M ESPE) aos blocos de resina composta fotopolimerizável (W3D Master-Wilcos). Após o corte para obtenção dos palitos, os mesmos foram submetidos ao teste de microtração e o modo de falha foi analisado em microscópio óptico. As superfícies tratadas foram avaliadas em MEV e a composição química foi obtida por meio de análise em EDS. Os valores de resistência adesiva após o banho ultrassônico foram superiores e significativos estatisticamente quando comparados aos dos grupos em que nenhuma limpeza pós-condicionamento foi realizada. Já para o tempo de condicionamento, não houve diferença estatística entre os grupos. Em MEV, foi observado que o tempo de condicionamento influenciou no tamanho dos poros, sendo que após banho ultrassônico, os precipitados ácidos não foram mais observados. O elemento flúor foi observado nas amostras antes da limpeza ultrassônica na análise em EDS, e o mesmo foi observado em menor quantidade nos grupos em que foi realizada a limpeza pós-condicionamento.

O banho ultrassônico após o condicionamento, a partir deste momento, teve sua importância evidenciada pelo estudo anterior. Mas o HF ainda poderia continuar reagindo na superfície. Motivado pelo interesse de entender melhor a forma de total eliminação dos precipitados e da solução ácida, o objetivo do estudo de Saavedra (2006) foi avaliar se

o processo de neutralização dos precipitados do HF, a limpeza ultrassônica e, estes dois protocolos combinados, influenciavam nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. Para isto, 32 blocos cerâmicos VM7 (Vita) foram confeccionados e divididos em quatro grupos, de acordo com o tratamento de superfície utilizado: G1 – condicionamento com HF a 10% por 20 s, lavagem por 60 s e secagem por 30 s; G2 – após o condicionamento com HF e lavagem, fez-se a neutralização com solução supersaturada de bicarbonato de sódio por 40 s, lavagem por 5 s e secagem; G3 - após o condicionamento com HF e lavagem, fez-se a limpeza dos blocos em ultrassom com água deionizada por 4 min e secagem; e G4 – onde após o condicionamento, os blocos foram neutralizados e limpos em ultrassom. Após a confecção e tratamento de superfície prévios dos blocos de resina, fez-se a cimentação destes aos blocos cerâmicos com RelyX ARC (3M ESPE). Os blocos foram cortados e submetidos ao teste de microtração, e os modos de falha foram analisados em microscópio ótico. Dois blocos adicionais foram confeccionados para cada grupo com o objetivo de avaliação topográfica em MEV, e mais um bloco foi confeccionado para cada grupo, para análise em EDS. Os valores de resistência de união apresentaram diferenças estatísticas entre os grupos, sendo que a ordem crescente de valores foi $G2 < G1 < G3 < G4$. Por meio da análise em MEV, foi possível visualizar que os poros e os sulcos foram aumentando quantitativamente à medida que se realizou o processo de limpeza sônica (G3) e o processo de neutralização associado à limpeza sônica (G4). A quantidade de precipitados aumentou, obliterando os poros e fendas, no G1 e principalmente no G2. O tamanho dos poros apresentou-se menor nos grupos G2 e G4 que receberam o processo de neutralização. A superfície cerâmica apresentou-se mais limpa após uso do ultrassom com água deionizada, uma vez que a grande maioria dos precipitados ácidos foi removida. Em EDS, além dos elementos comuns a todos os espectros, foi

encontrado flúor proveniente do precipitado ácido. O mesmo não foi encontrado para os grupos submetidos a qualquer tipo de protocolo pós-condicionamento. Foi concluído que o processo de neutralização dos precipitados do HF influenciou nos valores de resistência de união, sendo que a banho ultrassônico aumenta esses valores e a associação do banho ultrassônico a neutralização do precipitado leva a uma melhora na adesão entre cerâmica feldspática e cimento resinoso.

Outra forma de se remover os precipitados do HF pode ser por meio da aplicação de ácido fosfórico. Magne e Cascione (2006) chegaram a esta conclusão após confeccionarem 16 pares de blocos cerâmicos, com o objetivo de determinar se existiam diferenças na resistência de união entre cimento resinoso e cerâmicas, com a utilização de dois coppings cerâmicos diferentes (em pasta e de translucência regular) e uma cerâmica prensada. O efeito da técnica de limpeza também foi medido e observado em microscópio ótico e MEV. Oito pares foram confeccionados de cerâmica feldspática (D-B4, Creation) em modelos refratários, sendo que em quatro pares (grupo CON) os modelos refratários foram cobertos com uma pasta (Ducera Lay Connector Paste, Dentsply), e nos quatro pares restantes (Grupo CLO) foi aplicada uma porcelana translúcida clara. Os outros oito pares foram confeccionados com cerâmica prensada (SL B00+, Ceramay) pela técnica da cera perdida. Todos os blocos foram jateados com óxido de alumínio e condicionados com HF a 9% por 90 s e lavados por 20 s. Em seguida, os blocos de cerâmica prensada foram subdivididos em dois, nos quais ou não foi realizado nenhum protocolo de limpeza pós-condicionamento, ou foi aplicado ácido fosfórico a 37,5% de forma ativa por 1 min, lavagem por 20 s e imersão dos blocos em banho ultrassônico por 5 min. Todos os blocos foram silanizados e tratados termicamente a temperatura de 100°C por 5 min. Os pares de blocos foram cimentados entre si com após aplicação de adesivo, com resina composta fotopolimerizável. Além disso, foram confeccionados blocos adicionais para verificação do efeito do

condicionamento e do protocolo de limpeza pós-condicionamento em todos os grupos por meio de análise de microscopia ótica e MEV. Os resultados do teste de microtração demonstraram que o grupo CLO apresentou valores maiores e significativos de resistência de união do que os do grupo CON. A maior resistência de união foi obtida no grupo da cerâmica prensada e limpa após o condicionamento, e esses resultados foram estatisticamente significativos. Na análise por microscopia ótica, após o condicionamento foi possível visualizar a presença de resíduos esbranquiçados na superfície cerâmica. A limpeza com ácido fosfórico a 37,5% por 1 min resultou em remoção desses resíduos. Porém, na análise por MEV, dos espécimes que foram limpos com ácido fosfórico ainda foi possível visualizar depósitos de resíduos microscópicos contaminando a superfície, que foram removidos após o banho ultrassônico. Foi concluído que existem diferenças estatísticas na resistência de união entre resina composta e porcelana feldspática quando são utilizadas duas porcelanas diferentes aplicadas sobre o modelo refratário. Os autores recomendam que seja aplicada a cerâmica translúcida clara sobre o modelo refratário, em vez de se aplicar a pasta. Além disso, a aplicação ativa de ácido fosfórico e a imersão em ultrassom foram necessárias para remoção dos detritos cristalinos da superfície condicionada.

Uma vez estabelecido que a remoção dos precipitados do HF influencia de forma positiva na resistência de união de cerâmicas e cimentos resinosos, restava saber se isto levaria também a uma melhora das propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos. Por isto, Saavedra (2008) se interessou em avaliar as consequências do condicionamento na resistência a flexão de uma cerâmica feldspática. Foram confeccionadas 60 barras (20 mm x 4 mm x 1,2 mm) de VM7 (Vita), e elas foram divididas aleatoriamente em 6 grupos:

- Grupo 1: Ausência de tratamentos;
- Grupo 2: HF (20 s), lavagem (60 s) e secagem;

- Grupo 3: procedimentos do grupo 2 e cimentação com Relyx ARC;

- Grupo 4: após condicionamento e lavagem, foi realizada a neutralização com solução supersaturada de bicarbonato de sódio (40 s), lavagem jato ar-água (5 s), secagem com ar comprimido (30 s) e cimentação;

- Grupo 5: após condicionamento e lavagem, foi realizada a banho ultrassônico com água deionizada (4 min), secagem com ar comprimido (30 s) e cimentação;

- Grupo 6: após condicionamento e lavagem, foi realizada a neutralização e a banho ultrassônico, e cimentação.

Após tratamento de superfície, as amostras foram submetidas ao teste de flexão três pontos e analisadas em microscopia ótica, MEV e EDS. Foi verificado que somente o Grupo 2 apresentou valores de resistência a flexão menores e diferentes estatisticamente dos outros grupos, que foram semelhantes entre si. No Grupo 2, em MEV, foi possível verificar a formação de sulcos e a deposição de precipitados. No Grupo 3, foi visualizado a presença da película de cimentação e do preenchimento das reentrâncias criadas pelo condicionamento. Já no Grupo 4, era visível a presença de uma fenda entre o cimento e cerâmica, diferente dos Grupos 5 e 6, onde o cimento estava em contato íntimo com a superfície cerâmica. Na análise por EDS, os Grupos 4, 5 e 6 apresentaram elementos semelhantes, no Grupo 2 não foi observada a presença de flúor como seria esperado, talvez pela concentração do mesmo ter sido baixa, e no Grupo 3 foi encontrado a presença do elemento zircônio, componente do cimento resinoso. Segundo o autor, a neutralização deve ser realizada pelo dobro do tempo de condicionamento. Foi concluído que a resistência a flexão reduziu significativamente após condicionamento ácido. A cimentação e os protocolos de limpeza pós-condicionamento não levaram a alterações estatisticamente significativas quando foram comparados ao do grupo sem tratamento.

A neutralização demonstrou-se prejudicial quanto feita isoladamente na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso. Porém não existiam estudos mais próximos da realidade bucal, que verificassem o efeito da adesão entre dentina e restaurações submetidas ou não a neutralização do precipitado do ácido fluorídrico. O objetivo do estudo de Saavedra et al. (2009) foi avaliar a influencia nos resultados de resistência a microtração do processo de neutralização do ácido fluorídrico e do teste de fadiga mecânica em pré-molares restaurados com inlays cerâmicas cimentadas adesivamente. Quarenta pré-molares humanos (n=10) foram incluídos em resina acrílica, e os preparos cavitários foram realizados em microscópio ótico modificado. Os preparos foram moldados e, nos modelos foram confeccionados 40 restaurações de cerâmica feldspática a base de leucita (IPS Empress Esthetic, Ivoclar Vivadent) pela técnica de prensagem. A superfície das restaurações foi condicionada com ácido fluorídrico a 5% por 60 s, lavados com água e secos. Dois grupos foram formados: 1- não foi realizado o processo de neutralização; 2 – o processo de neutralização foi realizado. O silano foi aplicado sobre a superfície interna das restaurações, e os dentes foram tratados de acordo com as instruções do fabricante. Em seguida, as inlays foram cimentadas com cimento resinoso autopolimerizável e autocondicionante (Multilink, Ivoclar Vivadent). Dez espécimes de cada grupo foram submetidos a ciclagem mecânica (50 N/8 Hz) por 1.400.000 ciclos, com carga aplicada sobre as cúspides dentárias. Os corpos de prova foram cortados e submetidos ao teste de microtração. A resistência de união foi afetada significativamente pelo processo de neutralização e pela ciclagem, sendo que o grupo que não sofreu neutralização e o que não sofreu ciclagem apresentaram maiores valores de resistência de união. O envelhecimento afetou significativamente a resistência de união do grupo não neutralizado, e o grupo com neutralização não foi afetado. Além disso, após a ciclagem mecânica, a resistência de união foi semelhante entre o grupo não neutralizado e o neutralizado. O fabricante

do HF não recomenda que após a neutralização seja feita a limpeza ultrassônica, porém os autores recomendaram que caso os profissionais queiram realizar a neutralização, a restauração deve ser submetida a um banho ultrassônico. Foi concluído que a neutralização e a ciclagem mecânica diminuem a resistência de união entre a dentina e as cerâmicas vítreas.

Além do neutralizador, existem outras diferentes soluções que podem ser utilizadas na limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico e que podem influenciar nos valores de resistência de união entre cerâmicas e cimentos resinosos. Para avaliar isto, Martins (2009) confeccionou 20 blocos cerâmicos (VM7, VITA) com dimensões 6,4 mm x 6,4 mm x 4,8 mm. A superfície foi condicionada por 20 s com HF a 9,6% e em seguida submetida aos seguintes protocolos de limpeza: lavagem com jato de ar-água (60s) e secagem (controle); lavagem seguida de banho ultrassônico com água destilada por 4 min e secagem; lavagem seguida de banho ultrassônico com acetona 99,5% por 4 min e secagem; e lavagem seguida de banho ultrassônico com álcool 70% por 4 min e secagem. Após silanização, os blocos de cerâmica foram cimentados (Porcelain Primer, Dentsply) aos blocos de resina composta (W3D MASTER, VITA) e cortados em palitos para serem submetidos aos testes de microtração. Os modos de falhas foram avaliados em microscópio ótico e blocos adicionais foram confeccionados para análise dos efeitos dos protocolos de limpeza em MEV e EDS. O valor médio de resistência de união da limpeza sônica dos precipitados ácidos com água destilada (G2) foi superior e significativo quando comparado aos valores obtidos para os demais grupos. Em MEV, foram observados precipitados ácidos nas superfícies das amostras do grupo controle, que foram removidos após os protocolos de limpeza. Além disso, o elemento flúor só foi encontrado nas amostras do grupo controle. Concluiu-se que o banho ultrassônico com água destilada aumentou os valores de resistência de união entre a cerâmica feldspática e o cimento resinoso, sendo que quando a acetona

99,5% ou álcool 70% foram utilizados para este mesmo fim, não houve aumento da resistência de união.

Os questionamentos ainda persistem sobre o estabelecimento de um protocolo de condicionamento para melhora da adesão entre cerâmica e cimento resinoso. O propósito do estudo de Belli et al. (2010) foi avaliar a influencia da técnica de limpeza pós-condicionamento na resistência de união entre uma resina composta e duas cerâmicas prensadas usando uma técnica de teste de microtração. Além disso, os autores se propuseram a avaliar a composição química das superfícies cerâmicas utilizando a EDS. As hipóteses nulas testadas eram: a presença dos resíduos na superfície das cerâmicas condicionadas não tinha influencia significativa na resistência de união da resina composta para ambas as cerâmicas testadas; e não existia diferença significativa entre as técnicas de limpeza pós-condicionamento testadas. Doze discos cerâmicos de cerâmicas prensadas a base de leucita IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent) e 12 discos de cerâmicas a base de dissilicato de lítio IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent) com 10 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram confeccionados de acordo com as instruções do fabricante. Os discos foram condicionados com HF a 10% por 60 s (IPS Empress Esthetic) e 20 s (IPS Empress 2), lavados, secos e alocados nos seguintes subgrupos: 1 – sem limpeza; 2 – limpeza com jato de água-ar livre de óleo a distância de 10 mm por 30 s com pressão de 4 bar; 3 – condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 1 min e lavagem com água corrente por 30 s; 4 – banho ultrassônico em água destilada por 5 min; 5 - condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 1 min e lavagem com água corrente por 30s e banho ultrassônico em água destilada por 5 min; e 6 – utilização do Clearfil Silane Kit (Kuraray), de acordo com as instruções do fabricante. Exceto no grupo 6, o silano (Scotchbond, 3M ESPE) foi aplicado sobre a superfície, seguido pelo adesivo (Scotchbond Multipurpose, 3M ESPE). Sobre a superfície cerâmica foram confeccionados cilindros de resina híbrida (Filtek Z250, 3M ESPE) com 4

mm de altura e 0,8 mm de diâmetro, com área adesiva de 0,5 mm². Os corpos de prova foram testados em teste de microtração, e as falhas foram classificadas em adesivas, coesivas e mistas. Seis discos adicionais de cada cerâmica foram confeccionados, polidos, condicionados, submetidos às técnicas de limpeza pós-condicionamento para também serem observados em MEV e em EDS. Os valores de resistência de união dos grupos 1 e 6 da IPS Empress Esthetic foram menores e significativos estatisticamente quando comparados aos outros grupos. Para a IPS Empress 2, todos os grupos tiveram resistência de união maiores e significativas do que o grupo 1. As imagens em MEV mostraram que a cerâmica IPS Empress Esthetic quando condicionadas apresentavam cavidades criadas pela remoção dos cristais de leucita e pela corrosão da matriz vítrea, resultando em uma topografia extremamente retentiva. Nos grupos 2, 3, 4 e 5 não foram observados resíduos superficiais. Já na IPS Empress II, o HF foi capaz de dissolver a matriz vítrea, porém os cristais de dissilicato de lítio se mantiveram intactos e a topografia também se mostrou extremamente retentiva. Os resíduos só foram completamente removidos nos grupos 2, 4 e 5. Por meio da análise por EDX, foi verificado que o flúor estava presente somente nos grupos 1 e 6 da IPS Empress Esthetic e em nenhum da IPS Empress II. As microrretenções na IPS Empress II são resultados da infiltração do silano nos espaços criados pela dissolução da matriz. Os precipitados ácidos foram formados basicamente por flúor na cerâmica IPS Empress Esthetic, porém na IPS Empress II havia a presença de resíduos mesmo sem a presença de flúor, o que indica que a sensibilidade do EDS é limitada. A 1ª hipótese nula foi parcialmente rejeitada, uma vez que a presença dos resíduos afeta a adesão entre cerâmica e compósito. O mesmo aconteceu com a 2ª hipótese, já que os métodos de limpeza pós condicionamento tiveram influência na resistência de união para a IPS Empress Esthetic.

Complementando os achados de Saavedra et al. (2009), Amaral et al. (2010) verificaram que a neutralização não aumentou o Ph das superfícies cerâmicas condicionadas, e não foi capaz de melhorar a resistência de união entre cerâmica e cimento, levando inclusive a um enfraquecimento da adesão quando realizado isoladamente ou associado ao banho ultrassônico. A proposição do estudo foi avaliar o pH e o ângulo de contato (molhabilidade) da superfície cerâmica submetida a diferentes condicionamentos, e a resistência adesiva entre as superfícies cerâmicas (VM7, VITA) tratadas e cimento resinoso. Os discos cerâmicos (6,4 mm x 2,4 mm) foram confeccionados para avaliação do Ph (n=96) e ângulo de contato (n=40). Para análise da resistência de união e em MEV, foram confeccionados 48 blocos (6,4 mm x 6,4 mm x 4,8 mm) cerâmicos. Foram realizados 12 tratamentos de superfície nos discos para análise de Ph, cinco tratamentos de superfície para análise do ângulo de contato e quatro tratamentos de superfície nos blocos para análise de resistência de união. Os blocos de cimento resinoso (Panavia F, Kuraray) foram confeccionados sobre a superfície dos blocos tratados. Após o corte, metade dos palitos obtidos foram submetidos a ciclagem térmica (12.000 ciclos; 5°/55°; 30 s) antes do teste de microtração. Na análise do pH, o grupo condicionado com HF a 4% (1 min) seguido de lavagem (30 s) obteve o maior resultado e os grupos condicionados com o HF 9%, 5% ou 4% sem lavagem obtiveram os menores valores estatisticamente. O grupo neutralizado (IPS Ceramic Neutralization Powder, Ivoclar) e submetido a banho ultrassônico por 5 min em água destilada apresentou valores altos e significativos de Ph quando comparados aos outros grupos. Para o ângulo de contato, o grupo que não foi submetido a nenhum tratamento de superfície obteve médias maiores comparados aos outros grupos, sendo que o grupo neutralizado e limpo em ultrassom apresentou valores maiores e significativos quando comparado ao grupo onde foi realizado o mesmo tipo de condicionamento (HF a 5% por 1 min) sem neutralização. Para resistência de união, os grupos condicionados com HF a 9% e com

HF a 4% (por 1 min) tiveram resultados semelhantes e maiores estatisticamente que os grupos condicionados com HF a 5% (1 min) e condicionado com HF a 5% (1 min) seguido de neutralização e banho ultrassônico, independente do fator armazenagem. Somente o grupo condicionado com HF a 5% (1 min) seguido de neutralização e banho ultrassônico sofreu redução na resistência adesiva após a termociclagem. Nas imagens em MEV, foi possível verificar a presença de precipitados ácidos em todas as amostras condicionadas, inclusive nas que foram neutralizadas e submetidas a banho ultrassônico. Foi concluído que durante o condicionamento ácido, os valores de pH caem consideravelmente e, com a lavagem/secagem, o meio volta a tornar-se básico, persistindo básico após silanização; a neutralização não promoveu aumento do pH; o potencial de adesão mais alto (baixos ângulos de contato) foi observado com os grupos condicionados com ácidos em diferentes concentrações, quando comparados ao grupo não condicionado e ao grupo submetido à neutralização pós-condicionamento; resistências adesivas estáveis foram obtidas quando a superfície cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico 9%, 5% e 4%, enquanto que a redução significativa da resistência adesiva foi notada quando a superfície cerâmica foi neutralizada e submetida a banho ultrassônico pós-condicionamento; e houve uma relação entre baixos valores de resistência adesiva e pH baixo, sendo que os menores ângulos de contato (alto potencial adesivo) refletiram mais altos valores de resistência adesiva.

Zogheib (2010) interessou-se em estudar o efeito desses protocolos em modelos mais próximos da realidade bucal. O objetivo do trabalho foi avaliar as seguintes hipóteses: os tratamentos da superfície cerâmica após o condicionamento com HF não influenciavam na resistência à fratura de coroas cerâmicas; os tratamentos da superfície cerâmica após o condicionamento com HF não eliminavam o flúor depositado sobre a mesma; e, que não haveria correlação entre a

espessura da película de cimento das coroas cerâmicas com a resistência à fratura das mesmas. Foram utilizados 40 dentes humanos que foram incluídos em poliuretano com auxílio de um delineador, após terem suas raízes, 2 mm abaixo da linha cervical, cobertas por 0,3 mm de cera plástica para imersão. A cera foi removida e substituída por poliéter (Impregum, 3M/ESPE). Para o preparo dos dentes, foi utilizado um delineador modificado encaixado em caneta de alta rotação, com dimensões: largura do término marginal do preparo igual 1,0 mm e altura do preparo igual 4 mm. Os preparos foram escaneados e as coroas foram fresadas via CAD/CAM. Após sinterização, as coroas de E.max Cad (Ivoclar Vivadent) foram submetidas a avaliação da espessura de película de cimento pela técnica cimento-análogo, sendo 14 áreas mensuradas. Assim, os corpos de prova foram distribuídos entre os grupos, de acordo com o valor médio da espessura de película de cimento. As coroas foram condicionadas internamente com HF a 5% por 20 s, lavadas (20 s) e secas (5 s). Os grupos do estudo, de acordo com o tratamento de superfície foram:

- 1 - aplicação de silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent);
- 2 – aplicação de agente neutralizador à base de carbonato de cálcio e carbonato de sódio (Neutralizing powder – IPS Ceramic kit, Ivoclar Vivadent) por 5 min seguido de lavagem (30 s), secagem e aplicação de silano como no grupo 1;
- 3 – banho ultrassônico em água destilada por 5 min, lavagem, secagem e aplicação de silano como no grupo 1;
- 4 - utilização do agente neutralizador e banho ultrassônico associados, seguindo os mesmos protocolos dos grupos 2 e 3.

Os dentes foram condicionados com ácido fosfórico (Total Etch, Ivoclar Vivadent) por 15 s, lavados e secos, um sistema adesivo (Syntac, Ivoclar Vivadent) foi aplicado, e as coroas foram cimentadas com cimento resinoso dual Variolink II (Ivoclar Vivadent). Para caracterização da morfologia da superfície cerâmica alterada pelos

tratamentos de superfície em MEV, cinco espécimes foram preparados em formato de barra (16 mm x 2 mm x 2 mm). Os mesmos espécimes foram analisados quanto à presença dos elementos químicos no substrato cerâmico através da técnica de EDS. O teste de resistência a fratura foi realizado com a aplicação da carga na superfície oclusal da coroa, sobre uma película de silicone. Os espécimes foram analisados visualmente para classificação do modo de falha de acordo com o critério de Burke: I - trinca ou mínima fratura da coroa; II - menos da metade da coroa perdida; III - metade da coroa deslocada ou perdida; IV - mais da metade da coroa perdida; e V - fratura severa da coroa e/ou dente. Os valores encontrados de resistência a compressão foram submetidos à análise estatística e foi observado que os valores médios de resistência à fratura das coroas dos grupos onde o agente neutralizador foi aplicado (2 e 4) foram numericamente superiores aos valores médios encontrados para o grupo controle (1) e grupo tratado com condicionamento ácido seguido de banhoônico (3), porém essa diferença não foi estatisticamente significativa. Na análise topográfica em MEV foi possível verificar que a superfície condicionada apresentou uma camada de resíduos provenientes do condicionamento com HF. Após neutralização e banhoônico (isoladamente), o padrão superficial foi bem mais irregular. Quando esses dois tratamentos foram associados, os poros se encontravam mais amplos e limpos decorrentes da dissolução da matriz vítrea pelo condicionamento ácido, bem como a exposição dos cristais de dissilicato de lítio. Na análise por EDS, após o condicionamento, independente do protocolo de limpeza, as concentrações dos elementos químicos foram semelhantes. Houve correlação positiva entre os valores de resistência a fratura e a espessura da película do cimento. Observou-se que 40% da amostra do grupo 1 apresentaram fratura do tipo V e metade da amostra do grupo 4 apresentaram falhas do tipo I. Os tratamentos de superfície após o condicionamento com HF realizados no estudo, não influenciaram na resistência à fratura de coroas cerâmicas nem eliminaram o elemento

flúor depositado sobre as mesmas; e houve uma correlação fraca negativa entre a espessura da película de cimento das coroas cerâmicas com a resistência à fratura das mesmas.

Segundo ainda Zogheib (2010), a indicação clínica do agente neutralizador associado ao banho sônico como protocolo pré-cimentação não se fez necessária do ponto de vista de resistência à fratura de coroas cerâmicas. No entanto, para a criação de uma superfície favorável à união adesiva entre o cimento resinoso e cerâmica a adoção deste protocolo parece extremamente recomendável. Estudos incluindo envelhecimento termomecânico, bem como a resistência de união adesiva entre o agente cimentante e a cerâmica utilizada se fazem necessários para a verificação mais real da eficácia clínica destes protocolos. Diante desta colocação, o propósito do nosso estudo se faz necessário para o melhor entendimento da importância e eficácia dos protocolos de limpeza pós-condicionamento.

2.3 Simulação dos tecidos de suporte dentário *in vitro*

Os dentes humanos são capazes de suportar as cargas mastigatórias graças à distribuição adequada destas tensões sobre os tecidos de suporte (osso e ligamento periodontal). A inclusão da raiz dentária, em alguns materiais, pode reproduzir a capacidade óssea de amortecimento das cargas mastigatórias para que os testes de resistência à fratura obtenham valores mais próximos da realidade clínica (Soares et al., 2005).

Miyashiro et al. (2011) buscaram validar o uso do poliuretano nos estudos biomecânicos *in vitro* de próteses implantossuportadas. Foram obtidas 45 barras de poliuretano (Axson, Cergy, France) após a

mistura dos dois reagentes, A – catalisador e B – base. Os espécimes foram confeccionados variando a proporção entre os dois reagentes, sendo que no grupo 1 foi vertido mais catalisador que base, no grupo 2 foi seguida a proporção do fabricante (1/1) e no grupo 3, a parcela de base foi maior que a do catalisador. Foi realizado o teste de tração para calcular o módulo de elasticidade. Houve diferença estatisticamente significativa entre os módulos de elasticidade do grupo 1 e 2, 1 e 3, sendo que os grupos 2 e 3 foram estatisticamente semelhantes. O grupo 2 apresentou a maior média do módulo de elasticidade, e estes valores foram compatíveis aos valores encontrados para ossos humanos mandibulares, reportados na literatura. Os autores recomendam que seja seguida a proporção do fabricante para que se obtenha as melhores características mecânicas e de manipulação do poliuretano.

Moretti Neto et al. (2011) também variavam a proporção entre os reagentes A e B do poliuretano para verificar se eles apresentavam módulo de elasticidade compatível ao de modelos ósseos. Quarenta retângulos de poliuretano foram confeccionados com cinco variações da proporção A/B entre os reagentes: Grupo A, 0.5/1.0; Grupo B, 0.8/1.0; Grupo C, 1.0/1.0; Grupo D, 1.2/1.0 e Grupo E, 1.5/1.0. O módulo de elasticidade foi calculado baseado nos resultados do teste de compressão. Houve diferença estatística do módulo de elasticidade entre os grupos testados, sendo que a maior média foi encontrada para o Grupo C. Foi concluído que o poliuretano confeccionado com a proporção 1.0/1.0 apresentou as melhores propriedades mecânicas e apropriado módulo de elasticidade para simular tecido ósseo *in vitro*.

O objetivo do estudo de Soares et al. (2005) foi avaliar a influência da simulação do ligamento periodontal e do método de simulação do tecido ósseo na resistência à fratura e nos modos de falhas de dentes bovinos. As 80 raízes bovinas foram cobertas com 0,2 a 0,3 mm de cera abaixo da junção amelo-cementária, e inseridas em cilindros de resina acrílica autopolimerizável ou de poliestireno. A cera foi removida

e em seu espaço foi inserido poliéter, polissulfeto ou poliuretano elastomérico, sendo que em um grupo de cada resina, os dentes foram inseridos diretamente na resina. Os dentes foram submetidos ao teste de resistência a compressão: naqueles em que nenhum material foi utilizado para a simulação do ligamento periodontal as falhas ocorreram acima do cilindro de resina, enquanto que para os outros grupos, as falhas foram na porção radicular. Quando era utilizada a resina acrílica, a ausência de ligamento periodontal levou a valores maiores e significativos de resistência à fratura. Já para a resina de poliestireno, a utilização de poliéter resultou em valores maiores e significativos de resistência à fratura. A simulação do ligamento periodontal levou a uma melhor distribuição de forças, o que foi confirmado pelos modos de falha, porém não influenciou tanto nos valores de resistência à fratura. O material utilizado para embutimento das raízes também não afetou os valores de resistência à fratura.

Para elucidar a adequada simulação do ligamento periodontal, Sterzenbach et al. (2011) avaliaram três materiais (poliuretano elastomérico, poliéter e polissiloxano) utilizados para este fim. Os 30 pré-molares, além disso, foram incluídos em resina acrílica, 2 mm abaixo da junção amelocementária ou com simulação da perda de 50% do osso alveolar. Foi aplicada uma carga de 30 N, paralela e perpendicular ao longo eixo do dente. A curva de estresse de deflexão e a deflexão máxima foram analisadas. A simulação da perda óssea não levou a alterações significativas nos valores de deflexão, porém a utilização de poliuretano elastomérico levou a valores mais baixos de deflexão. Os autores concluíram que o polissiloxano também é adequado para simulação do ligamento periodontal laboratorialmente.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do trabalho foi avaliar a resistência à fratura de coroas cerâmicas de dissilicato de lítio considerando os seguintes fatores:

- neutralização associada ao banho ultrassônico;
- ciclagem termomecânica.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Submissão ao Comitê de Ética em Pesquisa

O presente estudo foi submetido à apreciação do Comitê de Ética em Pesquisa em Seres Humanos da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, sendo aprovado em 14 de dezembro de 2010, sob protocolo nº 067/2010-PH/CEP (Anexo A).

4.2 Materiais Utilizados

Os principais materiais utilizados estão dispostos a seguir no Quadro 1.

Quadro 1 – Materiais utilizados para o estudo, com sua descrição e fabricante.

Material	Descrição	Fabricante	Lote
PW 1 Plástica	Cera para plástica para imersão	Kota Import's, São Paulo, SP, Brasil	S/L
F-16	Poliuretano	Axson, Cergy, França	SKRP - 4559
IPS e.max CAD	Cerâmica de dissilicato de lítio, cor LTA3/ C14	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	N40912
Impregum	Material elastomérico	3M/ESPE, Sumaré, SP	399289
Ácido Fluorídrico	Concentração de 5%	Formula & Ação, São Paulo, SP	S/L
Monobond S	Silano	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	M63563
Neutralizing powder – IPS Ceramic kit	Agente neutralizador à base de carbonato de cálcio e carbonato de sódio	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	N1760
Total Etch	Ácido fosfórico a 37%	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	N11174
Excite DSC	Sistema adesivo monofásico	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	N04140
Variolink II	Cimento resinoso de dupla polimerização	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	N11147

4.3 Delineamento do estudo

O delineamento experimental deste estudo pode ser observado na Figura 1.

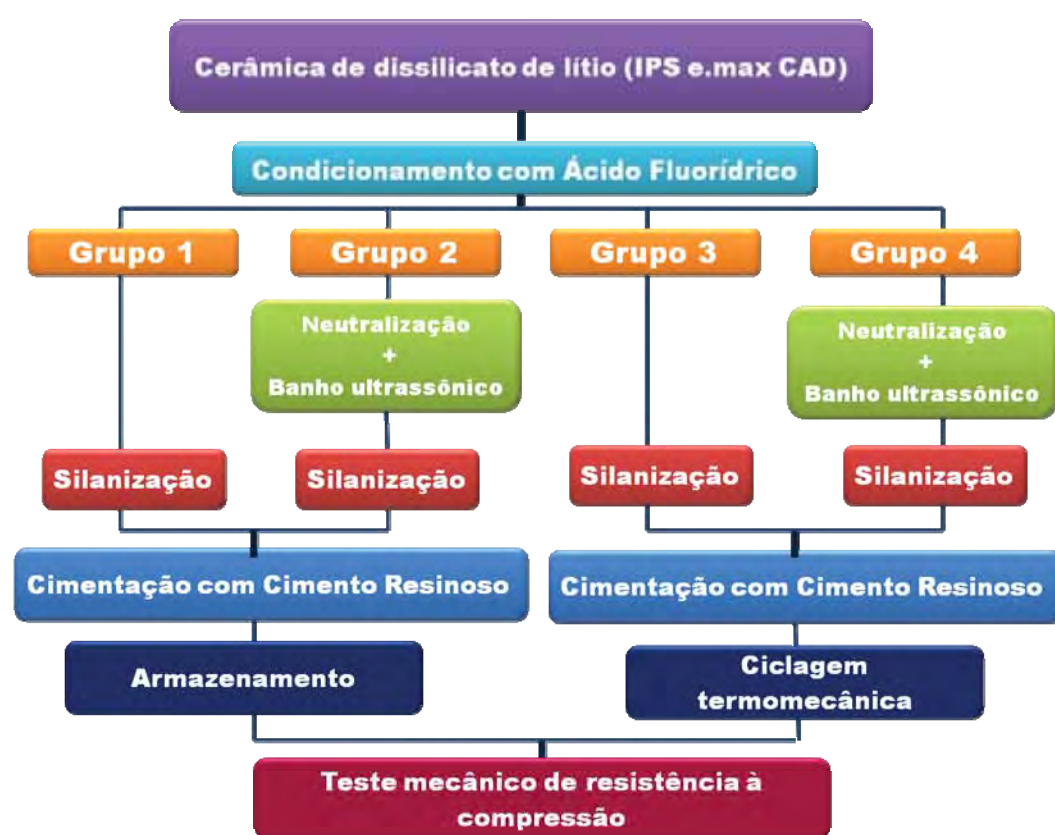


Figura 1 – Delineamento do Estudo

4.4 Seleção, inclusão e preparo das amostras

Foram utilizados neste trabalho 40 terceiros molares superiores cedidos por pacientes atendidos em clínicas particulares. Os dentes foram limpos e desinfetados de acordo com o protocolo utilizado no Banco de Dentes da Universidade do Estado de São Paulo (USP-SP) e foram mantidos armazenados em água. Para que a amostra dos dentes fosse uniforme, os dentes estavam livres de trincas, com morfologia semelhante e os mesmos tiveram suas dimensões vestibulo-lingual e méso-distal medidas com auxílio de um paquímetro. Estas foram submetidas à análise estatística (teste de normalidade), no qual foi possível verificar que as diferenças entre os tamanhos dos dentes não eram significativas. A média do diâmetro vestibulo-lingual foi de 10,38 mm, com desvio padrão de 0,84 mm e do diâmetro méso-distal foi de 10,19 mm, com desvio padrão de 1,3 mm. Em seguida, os dentes foram randomizados nos grupos com auxílio do programa RandoAllocator (Department of Anesthesia, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran).

A metodologia deste estudo foi semelhante a do estudo de Zogheib (2010). Uma cobertura uniforme de aproximadamente 0,3 mm foi obtida por meio da imersão das raízes em cera PW1 plástica desde o ápice até a margem radicular cervical não invadindo a distância biológica de 2 mm abaixo da junção cimento-esmalte (Figura 2). A fluidez constante da cera foi obtida por meio de um aparelho elétrico de aquecimento de cera (Hot Rod – Wax Centre) com regulagem de temperatura a 90°C confirmada por termômetro.

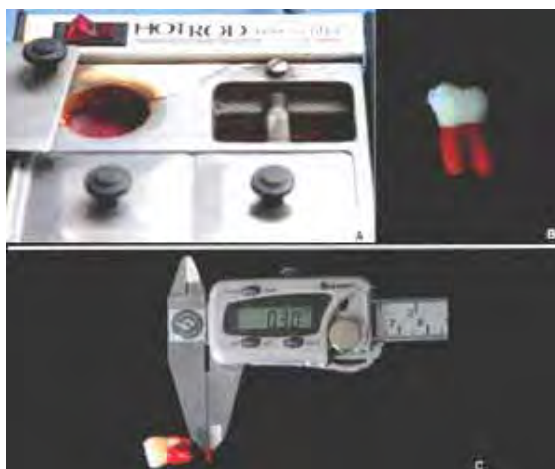


Figura 2 – Imersão da raiz em cera para padronização da espessura do ligamento periodontal. A) aparelho para aquecimento da cera; B) dente após a aplicação da cera sobre a raiz; C) confirmação da espessura de cera (0,3 mm) que estava recobrendo a raiz.

Em seguida, os dentes foram posicionados com auxílio de delineador no interior de um molde de silicone (Silibor – Clássico Artigos Odontológicos, São Paulo, SP), de formato cilíndrico, com dimensões de 15 mm de diâmetro e 20 mm de altura. Quantidades iguais (7 ml) da parte A (Poliol) e parte B (Isocianato) do poliuretano foram manipuladas no interior de um frasco de plástico, por 30 s, até que se atingisse cor uniforme entre as misturas. Em seguida, o poliuretano foi vertido no interior do molde de silicone, e após 5 min, o conjunto dente/poliuretano foi removido do molde (Figura 3).

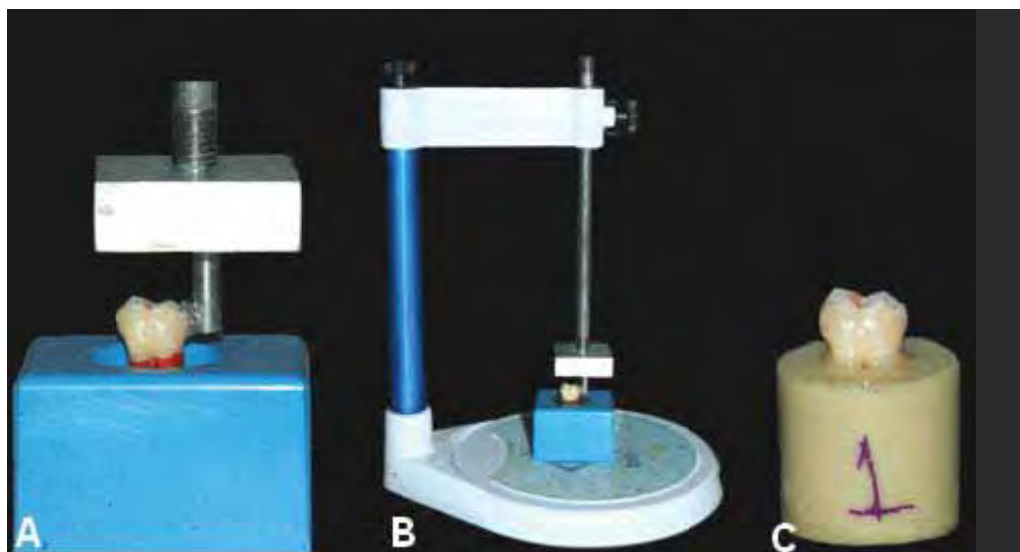


Figura 3 – Posicionamento do dente no molde de silicone e inclusão em poliuretano. A) Dente posicionado no interior do molde (Vista aproximada); B) Inserção do poliuretano no molde e; C) dente incluído.

Para auxiliar a padronização dos preparos foi utilizado um Microscópio Óptico Modificado (Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese, Unesp – São José dos Campos, SP), que permitiu que os preparos fossem realizados perpendiculares ao solo (Figura. 4). Por meio desta máquina, somente a peça móvel onde se encontra o dente, se movimenta no sentido horizontal após o ajuste da posição vertical. Assim, obtivemos preparos padronizados, com inclinação dependente somente da inclinação da broca. A largura do término marginal do preparo (1,5 mm), bem como a forma do término marginal (chanfro longo) e a inclinação do preparo (6°) foram determinados por meio de desgaste utilizando ponta diamantada tronco-cônica desenvolvida pela KG Sorensen (Barueri, SP, Brasil) especialmente para este estudo (Figura. 5). O preparo foi realizado sob irrigação constante, sendo cada broca utilizada somente para quatro dentes. A redução oclusal foi realizada com ponta diamantada 3139 (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) e orientada pelas inclinações das cúspides. A profundidade do desgaste oclusal foi de

no mínimo 1,5 mm ou mais até que os preparos dentários estivessem com 4 mm de altura e sem remanescente em esmalte (Bindl et al., 2006; Guess et al., 2010). Esta medida foi controlada por paquímetro digital (Starrett 727, Starrett, Itu, Brasil) compreendendo a distância entre as pontas de cúspide e margem do término. O acabamento dos preparos foi realizado com pontas diamantadas correspondentes as que foram utilizadas para o preparo, específicas para estas finalidades, com granulação fina e ultrafina (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil).



Figura 4 – Dispositivo utilizado para padronização dos preparos. A) Vista de todo o dispositivo. B) Vista aproximada.

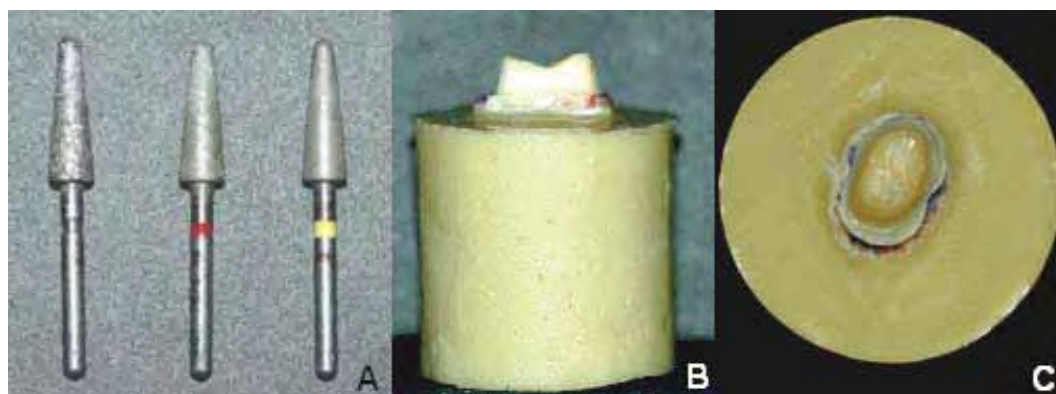


Figura 5 – Brocas para confecção do preparo e imagem do preparo. A) Brocas desenvolvidas para este estudo pela KG Sorensen; B) Vista lateral do dente preparado; C) Vista oclusal do dente preparado.

O conjunto poliuretano e cera foram imersos em água a 75° C por 60 s para remoção da camada de cera e posterior aplicação do elastômero ao redor da superfície radicular (Figura 6). Para reproduzir a mobilidade fisiológica do dente, as raízes foram cobertas com políeter que simulou o ligamento periodontal (Koutayas et al., 2000; Rosentritt et al., 2006). As raízes dos dentes, já preparados, foram novamente posicionadas no interior dos cilindros de poliuretano e, após a polimerização do material elastomérico, seu excesso foi removido com uma lâmina de bisturi no nível cervical radicular de 2 mm aquém da junção cimento-esmalte.

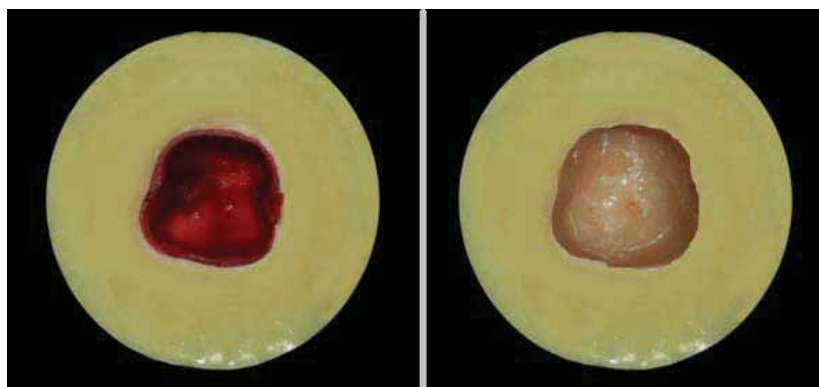


Figura 6 – Cilindro de poliuretano com cera em seu interior, e após a remoção da cera.

4.5 Confeção das coroas cerâmicas

Para que coroas totais cerâmicas com anatomia e dimensões padronizadas fossem obtidas, foi utilizado o sistema CAD/CAM (Cerec inLab; Sirona; Bensheim, Germany). Os dentes preparados receberam uma camada de pó a base de dióxido de titânio

anti-reflexão (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e foram posicionados um a um no escâner digital localizado no interior da unidade fresadora. As respectivas imagens foram transferidas e armazenadas em computador e com o auxílio do software associado ao sistema (inLab 3D; Sirona; Bensheim, Germany), as coroas foram desenhadas. A partir do banco de dentes deste programa, foi possível padronizar o desenho das coroas de acordo com o modelo padrão da coroa do dente 17 do banco de dados da VITA, no Cerec, para todos os preparos (Figura 7), e os blocos foram usinados (Figura 8).

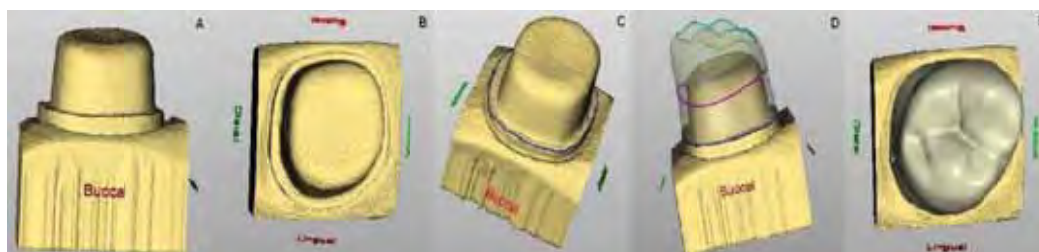


Figura 7 – Imagens do Software inLab 3D. A) Preparo escaneado (vista vestibular); B) Preparo escaneado (vista oclusal); C) Delimitação do término do preparo; D) Desenho e ajuste da coroa; E) Coroa desenhada (vista oclusal).



Figura 8 – Bloco cerâmicos. A) Blocos pré-sinterizados de E.max Cad. B) Coroa usinada pré-sinterizada.

A espessura da coroa no centro da face oclusal, na região do sulco principal, foi padronizada em 2 mm (Figura 9). As margens dos preparos foram delimitadas para cada imagem escaneada e a anatomia oclusal foi escolhida semelhante para todos os dentes. Foi acrescentado ainda o valor de 30 μ m de alívio correspondente ao espaço de cimento.

Estas informações foram transmitidas a unidade fresadora do sistema que desgastou os blocos de cerâmica sinterizados parcialmente transformando-os em coroas.



Figura 9 – Espessura da face oclusal da coroa cerâmica com 2 mm, confirmada por espécímetro.

A sinterização das coroas foi realizada em forno para cerâmica (P300, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Neste forno há um programa específico para este procedimento (Figura 10), que regula a velocidade gradual de fechamento/abertura do mesmo, bem como aquecimento e resfriamento. A temperatura máxima para a cristalização foi 840° C (1544° F).

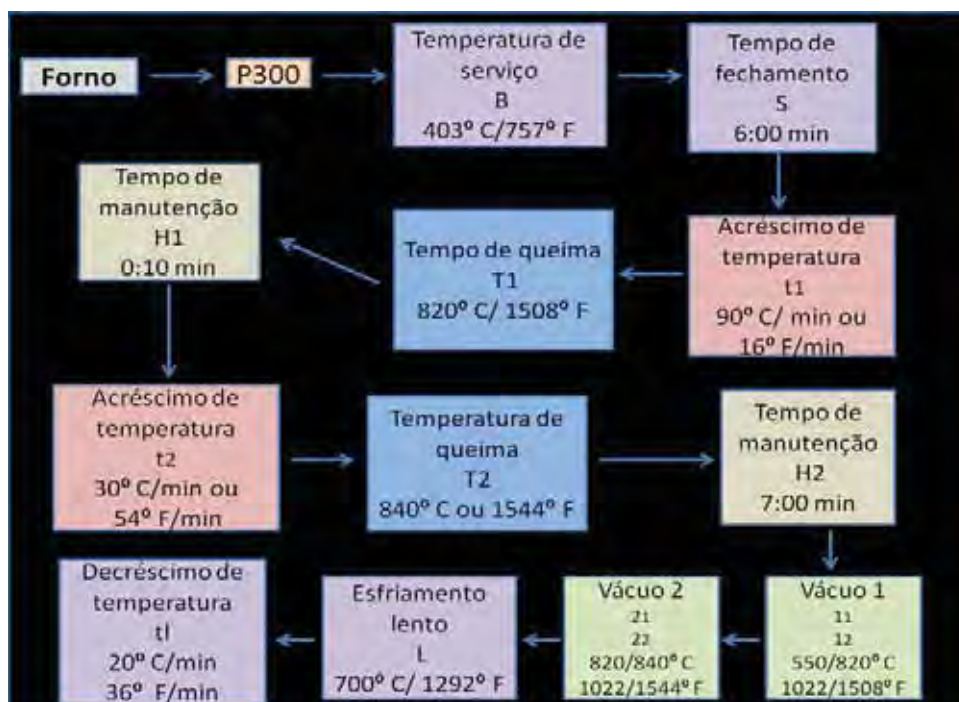


Figura 10 – Figura esquemática das etapas do programa específico para sinterização das coroas de dissilicato de lítio.

4.6 Tratamento de superfície e cimentação das coroas cerâmicas

As coroas foram limpas em banho ultrassônico (Cuba de Ultrassom, Cristófoli Equipamentos, Campo Mourão, PR, Brasil) com água destilada por 5 min e secas com jatos de ar. Na superfície interna das coroas foi aplicado o HF a 5% (Figura 11) por 20 s removendo-se o mesmo com jato de ar-água por 30 s e secagem total com ar comprimido isento de óleo. Este ácido foi manipulado, pois não é vendido no Brasil, e o fabricante indica o condicionamento das coroas de dissilicato de lítio com HF em concentração de 5%. Após o condicionamento ácido, as

coroas foram submetidas aos tratamentos de superfície pré-cimentação conforme citados no Quadro 2.



Figura 11 – Condicionamento com HF.

Quadro 2 – Tratamento de superfície realizado nos grupos

Grupo	Tratamento de superfície	N
1	Silano	10
2	Agente neutralizador + Banho sônico + Silano	10
3	Silano	10
4	Agente neutralizador + Banho sônico + Silano	10

Nos grupos 1 e 3 foi aplicada uma camada de agente silano (Figura 12) e após 60 s da aplicação, a secagem foi realizada com jato de ar.



Figura 12 – Aplicação do silano

Nos grupos 2 e 4 foi aplicado agente neutralizador por 5 min (Figura 13). Foi utilizada uma medida, do medidor fornecido pelo fabricante, com duas gotas de água destilada para cada coroa, seguido de lavagem com jato de ar-água por 30 s e secagem total por 10 s com ar comprimido. Em seguida, as coroas foram imersas em água destilada para banho ultrassônico durante 5 min seguido de lavagem com jato de ar-água por 30 s e secagem total com ar comprimido por 10 s. Posteriormente, foi aplicado silano com auxílio de um microbrush, e após 60 s da aplicação, a secagem foi realizada com jato de ar livre de óleo.

O condicionamento dentinário (Figura 14) dos dentes preparados foi realizado com ácido fosfórico por 15 s, aplicado por meio de uma seringa ao dente, lavagem por 10 s e secagem com papel absorvente. Foi aplicado um sistema adesivo de dois passos sobre a dentina (Figura 15) e seu excesso foi removido com a utilização por 10 s de jato de ar livre de óleo, e a pré-polimerização foi realizada por 10 s.



Figura 13 – Neutralização do HF na coroa cerâmica.

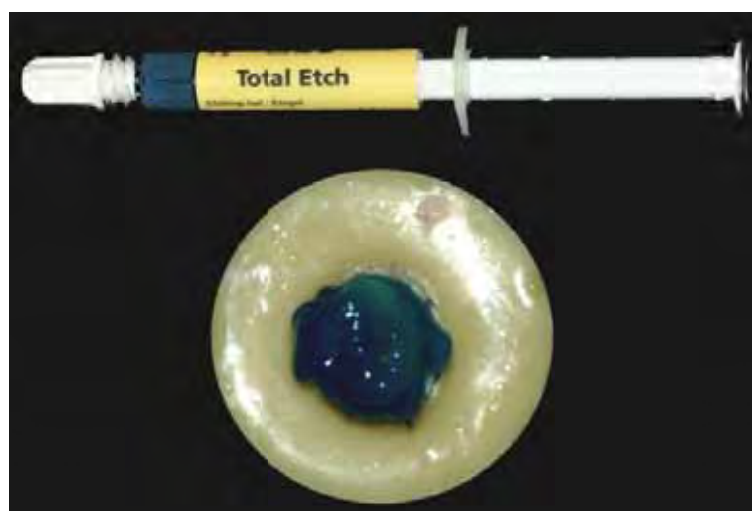


Figura 14 – Condicionamento dentinário.



Figura 15 – Aplicação do sistema adesivo no dente.

Partes iguais da pasta base e da pasta catalisadora do cimento resinoso foram manipuladas por 10 s e aplicadas em todo o interior de cada coroa. As mesmas foram assentadas sobre o dente sob uma carga constante de 750 g por 3,5 min (Figura 16). Uma unidade fotoativadora com intensidade de luz de 1200 mW/cm^2 (RadiiCal Polimerize, SDI, Victoria, Austrália) fotopolimerizou cada face por 2 s, para facilitar a remoção de excessos do cimento. Quarenta segundos de fotoativação foram realizadas em cada uma das faces da coroa. Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 h. As amostras que não foram submetidas à ciclagem termo-mecânica, foram armazenadas, desta mesma forma, pelo período da ciclagem termomecânica dos grupos que foram envelhecidos. Após este período, todos os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência a compressão.



Figura 16 – Cimentação. Aplicação da carga pra remoção do excesso do cimento resinoso, com o auxílio de um microbrush.

4.7 Ciclagem termomecânica

A ciclagem termomecânica (Cicladora ERIOS, modelo ER – 37000) foi realizada submetendo as amostras a cargas de 100 N em $1,2 \times 10^6$ ciclos, com frequência de 3.8 Hz (Figura 17). A carga foi escolhida após análise de Weibull realizada com os resultados de resistência a compressão do estudo piloto. Durante o teste, todas as amostras alcançaram um equilíbrio térmico entre 5 ° e 55 °C com duração de 60 s cada ciclo, e com uma pausa intermediária de 30 s, mantidos por um controlador termostático (1.760 ciclos). Este envelhecimento corresponde a cinco anos de utilização clínica (Komine et al., 2004). A extremidade da haste aplicadora de carga tinha formato esférico de 4 mm que mantinha contato com o centro da área oclusal, na região do sulco central da coroa cerâmica (Figura 18). Entre a ponta da haste e a superfície cerâmica foi

interposta uma película de acetato incolor, para evitar a indução de formação de microtrincas na superfície oclusal da cerâmica.

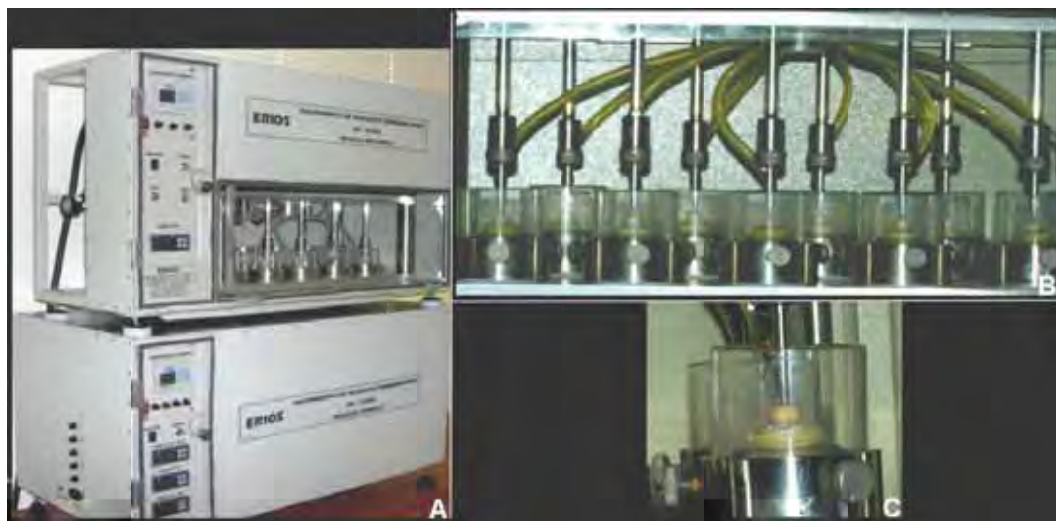


Figura 17 – Ciclagem Termomecânica. A) Cicladora Termomecânica; B) Corpos-de-prova sendo submetidos a ciclagem; C) Vista aproximada de um corpo-de-prova sendo ciclado.

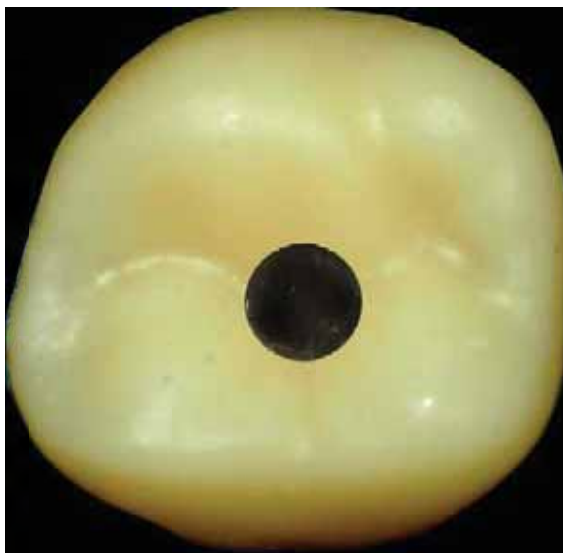


Figura 18 – Contato da aplicação da carga.

4.8 Análise da resistência à fratura

A resistência à fratura foi avaliada a partir do ensaio mecânico de compressão. A carga foi aplicada no longo eixo da amostra, com velocidade de 1 mm/min até a fratura, por meio de uma haste de aço inox, com extremidade esférica de 4 mm, montada numa máquina universal de ensaios (EMIC DL1000, São José dos Pinhais - PR, Brasil). A célula de carga utilizada foi de 100 N. As amostras foram posicionadas de tal forma que a carga compressiva (N) fosse aplicada perpendicularmente ao centro oclusal de cada coroa. Entre a coroa cerâmica e a haste aplicadora de força foi interposta uma película de acetato, semelhante a que foi utilizada na ciclagem termomecânica (Figura 19). As coroas foram contornadas com fita adesiva para que os fragmentos, após a fratura catastrófica, não fossem perdidos. A carga compressiva necessária para provocar a fratura foi registrada para cada amostra.

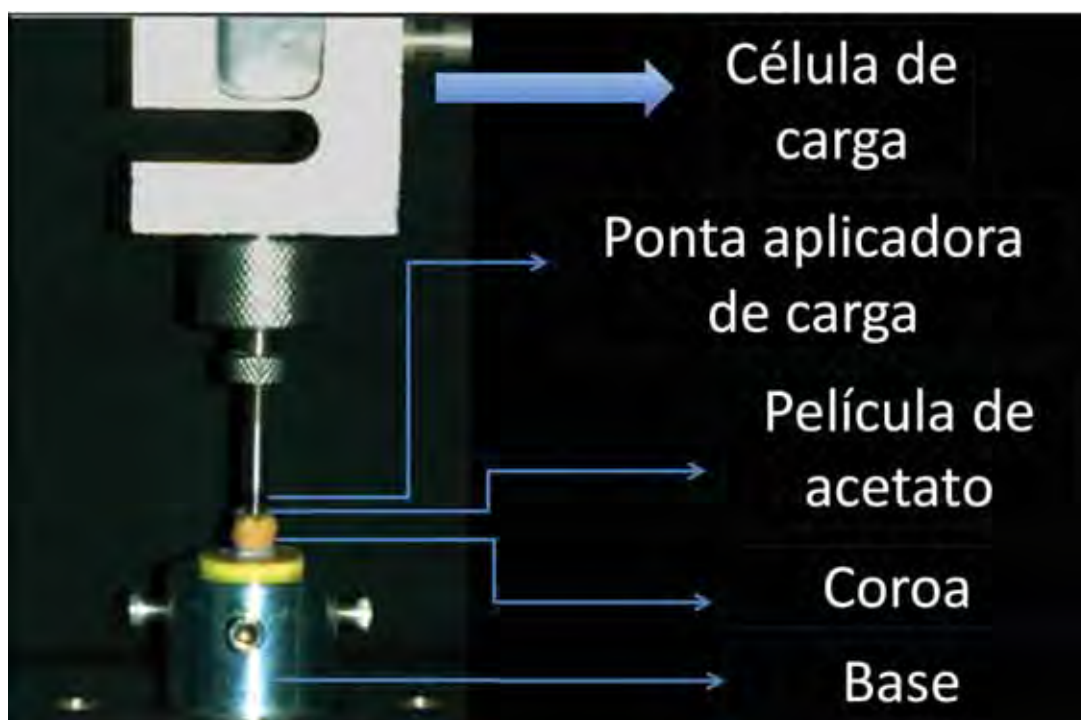


Figura 19 – Ensaio de compressão.

4.9 Análise de Burke

Os espécimes foram examinados visualmente para determinar o modo de fratura. As falhas foram determinadas seguindo a classificação proposta por Burke et al. (2006) (Quadro 3).

Quadro 3 – Classificação dos modos de fratura

Modo de fratura	Descrição
I	Fratura cervical da coroa
II	Fratura coesiva da cerâmica, sem envolvimento do dente e deslocamento da restauração
III	Fratura coesiva da cerâmica que envolva a interface
IV	Fratura da cerâmica envolvendo o dente remanescente, sem envolvimento da raiz
V	Fratura da cerâmica envolvendo dente e raiz

4.10 Análise fractográfica

Duas coroas foram avaliadas quanto à morfologia da área fraturada em Estereomicroscópio e MEV. Esta análise serviu para ilustrar as características superficiais e morfológicas dos defeitos (fendas, poros e precipitados), possibilitando a análise topográfica da área estudada. Após a fratura, as amostras foram submetidas a banho ultrassônico em álcool isopropílico durante 10 min para remoção dos contaminantes. As superfícies fraturadas foram observadas em Estereomicroscópio, para análise preliminar, com ajuda de iluminação auxiliar, para avaliação dos fragmentos resultantes da falha catastrófica. Assim, foi possível a seleção do fragmento que apresentou o maior número de características

sugestivas da localização da origem da fratura na coroa fraturada. Esse fragmento foi levado ao MEV, para melhor visualização das características fractográficas e para determinação da origem da fratura (Quinn, 2007; Scherrer et al., 2008).

4.11 Análise estatística

Os valores numéricos obtidos para a fratura dos espécimes foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

Este estudo segue um esquema fatorial do tipo 2 x 2.

As variáveis experimentais, ou fatores em estudo, foram: a condição de envelhecimento (ausência ou presença) e o tratamento de superfície pós-condicionamento (ausência ou presença).

A variável resposta foi o valor de tensão de compressão obtida na máquina de ensaio universal.

A unidade experimental é o sistema formado pela coroa cerâmica.

As condições experimentais foram designadas aleatoriamente às unidades experimentais. Ou seja, quatro condições experimentais sob dez repetições.

Obteve-se 40 dados que foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 16.1, 2010) e PRISM (versão 5.0, GraphPad, 2009).

A estatística descritiva consistiu no cálculo de medidas de tendência central (média e mediana) e de dispersão (desvio padrão,

coeficiente de variação e faixa interquartil) e tiveram representação (gráfico de colunas e esquema de cinco números, box-plot). A estatística inferencial consistiu ANOVA dois fatores (efeito fixo).

O modelo estatístico da análise de variância, ANOVA (dois fatores), considera três possíveis efeitos: a existência de diferença estatisticamente significativa entre a presença ou ausência de ciclagem mecânica, entre a presença ou ausência de tratamento de superfície pós condicionamento e a interação entre os dois fatores.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Análise estatística

A estatística descritiva dos dados obtidos é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 - Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência à compressão (valores em N) obtidos para as coroas cerâmicas, de acordo com o grupo experimental

Ciclagem	Tratamento de superfície pós condicionamento		linha (média $\pm$ dp)
	Silano	Neutralização+Ultrassom+ Silano	
Sem Ciclagem	2044,2 $\pm$ 466,5*	2056,4 $\pm$ 234,3*	2050,3 $\pm$ 359,3
Com Ciclagem	1992,1 $\pm$ 398,1*	2059,5 $\pm$ 395,3*	2025,8 $\pm$ 387,6
coluna (média $\pm$ d p)	2018,1 $\pm$ 422,9	2057,9 $\pm$ 316,3	2038,1 $\pm$ 407,5

* n = 10

Verifica-se, com as informações acima, que as condições experimentais apresentam mesma dispersão e valores de desvio padrão

próximos. O valor do coeficiente de variação foi de 18,11% para todos os grupos.

Para avaliar a influência da ciclagem termomecânica sobre o protocolo de limpeza pós condicionamento quanto à resistência à fratura, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA), após ser considerada a distribuição dos resíduos.

Os valores resíduos, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas válidas. Sendo determinado que os dados originais propiciaram um adequado ajuste, pois os dados se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade (Figura 20). Também foi verificada a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade) por meio do gráfico dos valores resíduo em relação aos valores ajustados (Figura 21) e realizado o gráfico Box-plot (Figura 22).

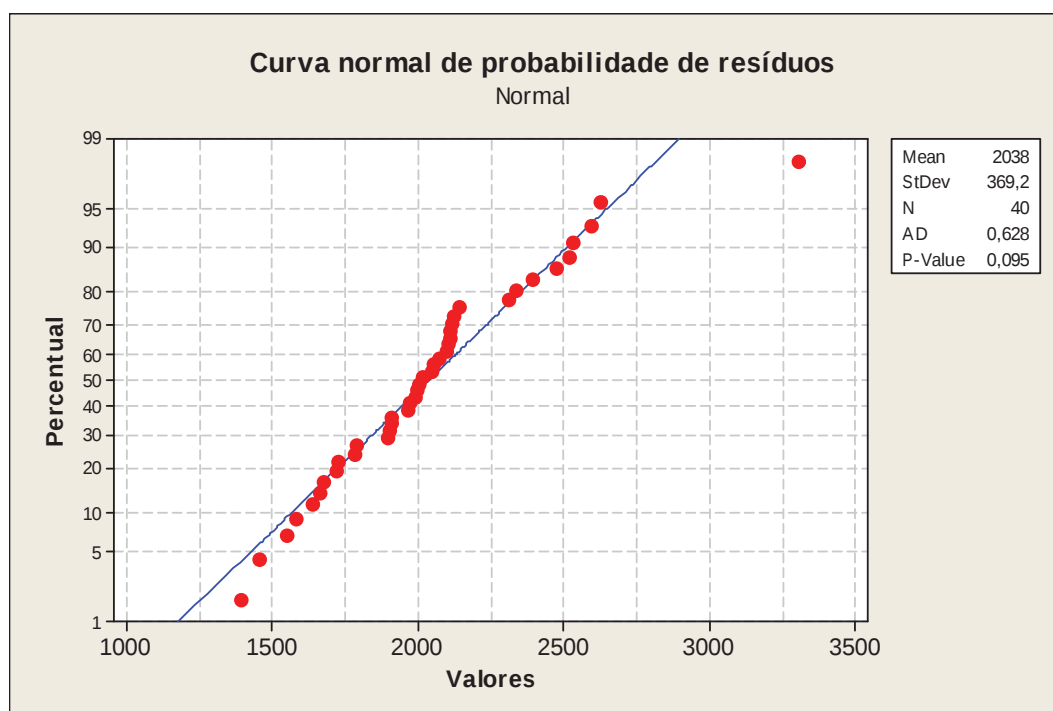


Figura 20 – Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade).

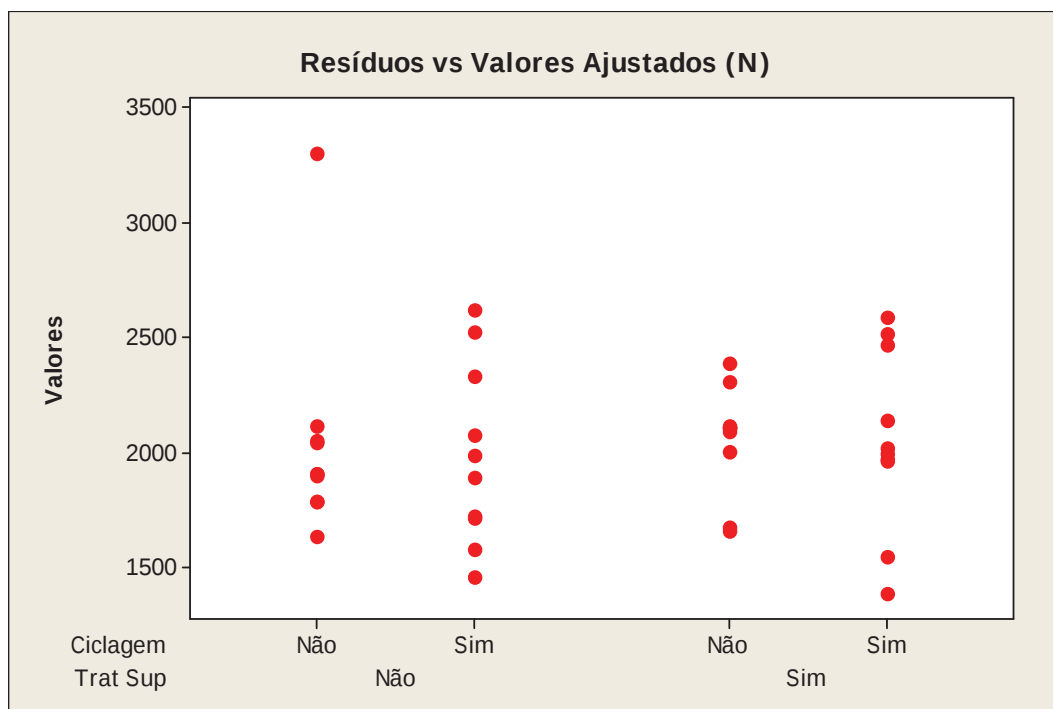


Figura 21 - Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).

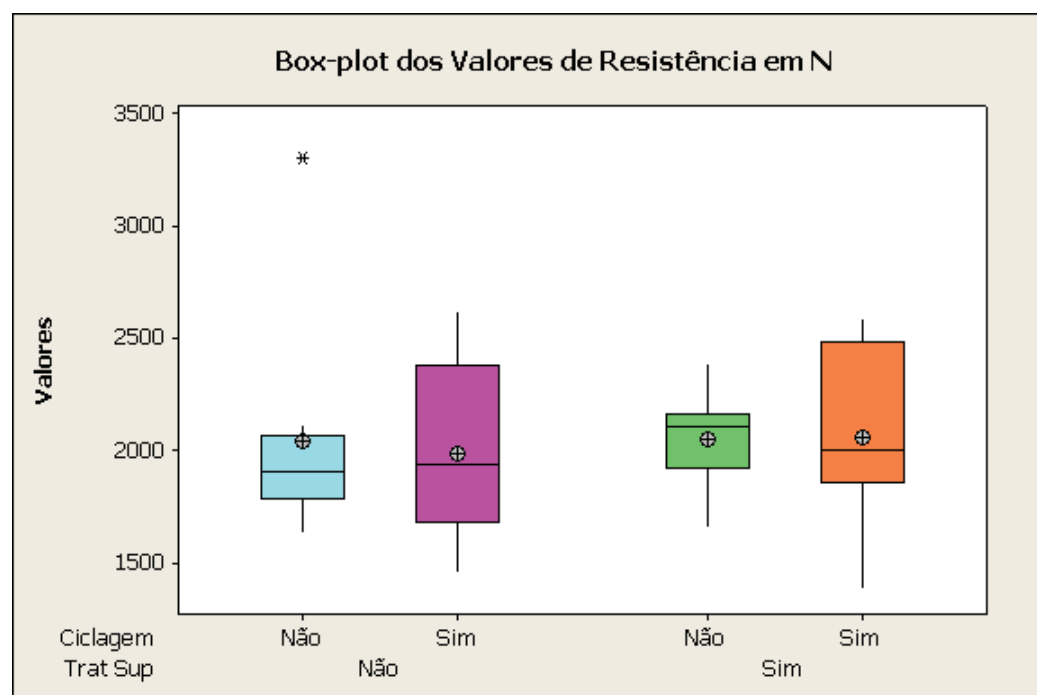


Figura 22 – Gráfico do Box-plot.

O teste ANOVA dois fatores (Tabela 2) revelou um efeito de interação não significativa, o que indica que não houve alteração da resistência à fratura em razão da ciclagem termomecânica (p-valor=0,8409), do tratamento de superfície (p-valor=0,7442) ou da associação entre ambos (p-valor=0,8211).

Tabela 2 - ANOVA (2 fatores) para os dados obtidos

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
Ciclagem	1	62,4	62,40	0,04	0,8409
Limpeza	1	165,1	165,08	0,11	0,7442
Interação	1	79,2	79,24	0,05	0,8211
Resíduo	36	54960,5	1526,68		
Total	39	55267,2			

5.2 Análise de Burke

Os resultados da análise visual macroscópica dos modos de falhas podem ser vistas no Quadro 4.

Quadro 4 – Distribuição do tipo de fratura, segundo Burke, por grupo experimental

		Grupos			
		1	2	3	4
Classificação de Burke	I	0	0	0	0
	II	0	0	0	1
	III	4	1	1	1
	IV	0	0	0	0
	V	6	9	9	8

5.3 Análise Fractográfica

As imagens obtidas em Estereomicroscópio e em MEV (Figura 23) foram avaliadas em busca de indícios do início da fratura. Foi possível verificar a presença de “edge chip”, que é um defeito característico causado pela aplicação de uma força concentrada em um ponto específico, como por exemplo, a força aplicada por um pistão. As “edge chips” são muito comuns como fraturas secundárias em cerâmicas fraturadas (Quinn, 2007), porém a presença de defeitos na interface entre cerâmica e dentina, evidenciou que a origem da falha iniciou na cerâmica, próximo à superfície de cimentação (Figura 24). Foi possível atingir esta conclusão após a análise minuciosa das imagens, com a localização das linhas de “hackle”, que são caracterizadas por permitir ao fractógrafo traçar a propagação da falha até a sua origem (Quinn, 2007).

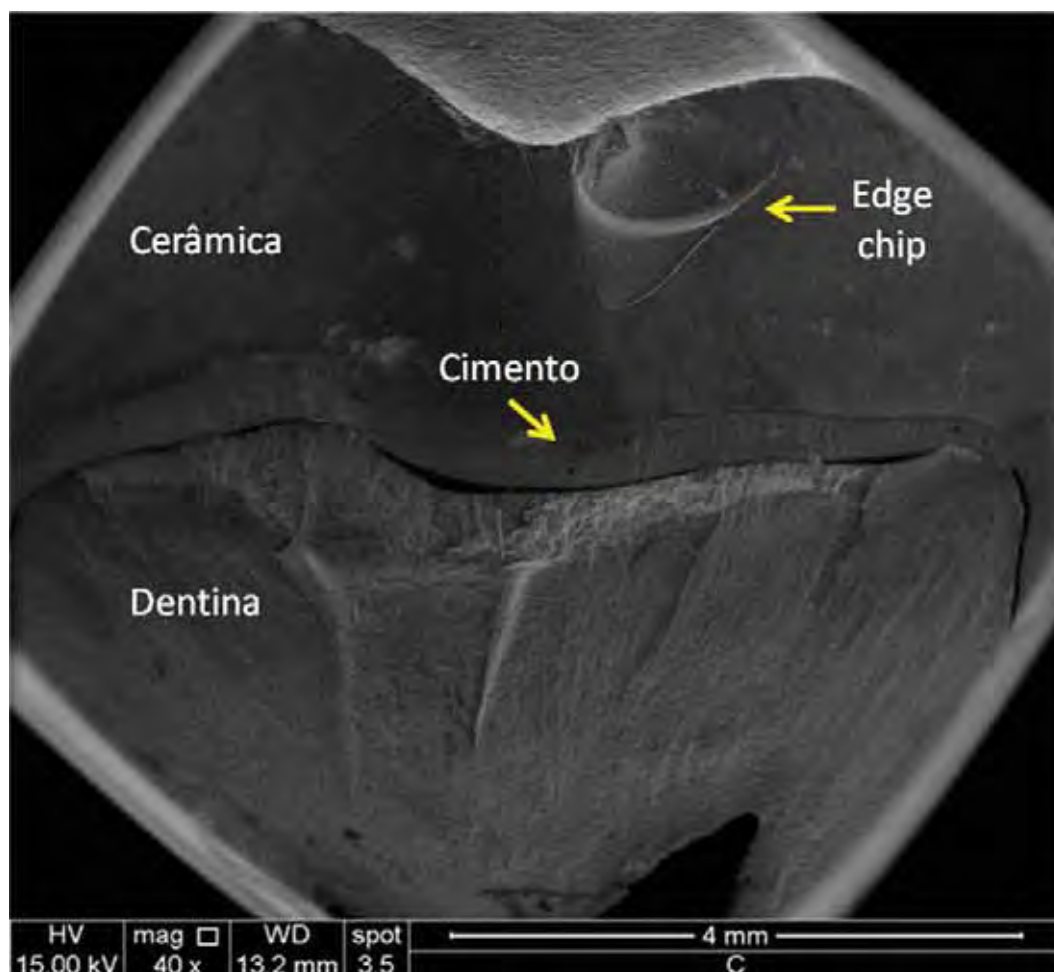


Figura 23 – Imagem obtida em MEV do complexo coroa cerâmica/cimento/dentina, evidenciando a presença de “edge chip”.

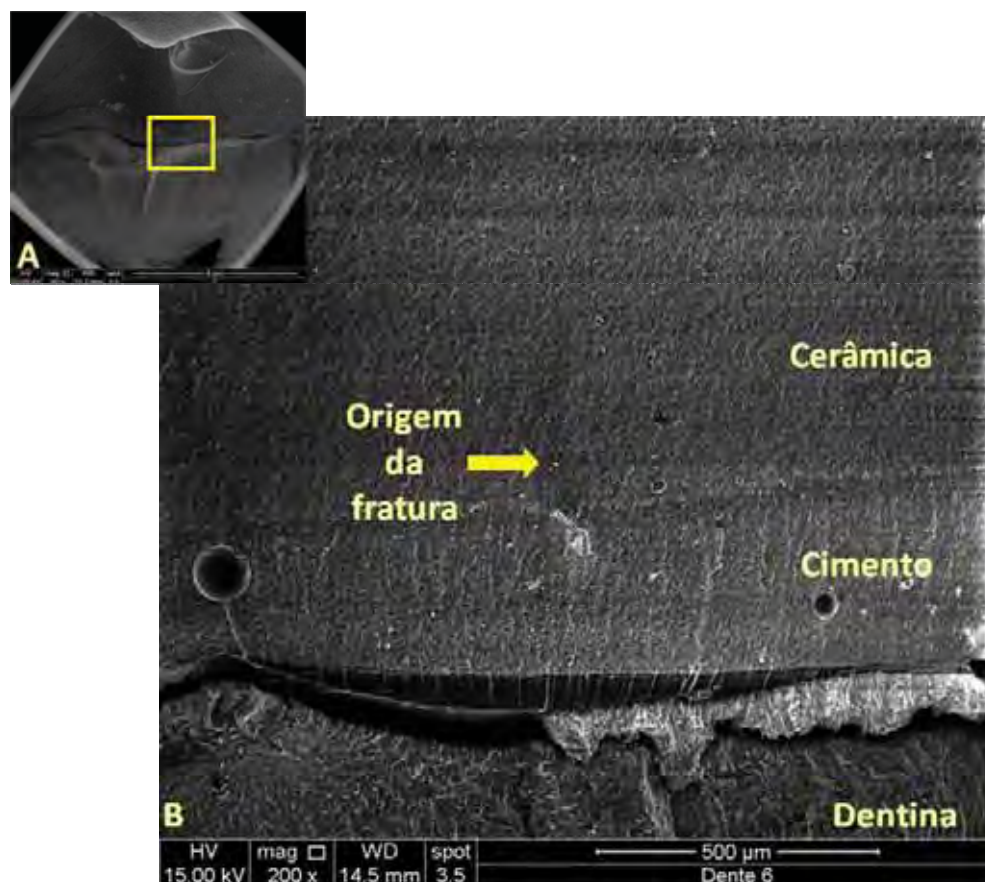


Figura 24 – Localização da origem da fratura. A) Demonstração da aproximação da imagem da Figura 24. A área selecionada foi próxima a linha de cimentação e abaixo da “edge chip”, devido as características apresentadas na superfície cerâmica B) Localização da origem da fratura, após aproximação e análise das linhas de “hackles”, que apontam para a origem da fratura na região da linha cimentação, em uma área mais enegrecida.

6 DISCUSSÃO

As cerâmicas odontológicas são muito utilizadas devido as suas propriedades mecânicas e estéticas favoráveis. Porém, nem sempre, seu desempenho clínico se aproxima do ideal. Assim, busca-se atingir situações mais efetivas, seja por alterações da sua composição microestrutural e química ou por técnicas mais adequadas de tratamentos de superfície. Para que estas alterações possam ser aplicadas clinicamente, existe a necessidade de testá-las *in vitro*, e sua metodologia deve ser realizada com a intenção de se aproximar ao máximo do que ocorre *in vivo*.

A preferência pela utilização de dentes humanos em vez de dentes de animais, troquéis metálicos ou plásticos tem a intenção de representar um modelo de testes *in vitro* mais próxima da situação clínica, no que se refere à adesão, ao módulo de elasticidade e a resistência mecânica (Zogheib, 2010). Quando se utiliza dentes artificiais, como os de metal, os valores de resistência à fratura podem ser superestimados (Rosentritt et al., 2000; Rosentritt et al., 2006). O material que venha substituir o tecido dentário deve ter módulo de elasticidade semelhante ao da dentina (Kelly et al., 2010), como o G10. Porém, este material tem como desvantagem um maior valor de resistência de união com o cimento resinoso quando comparado a adesão que ocorre entre dentina e o mesmo cimento (Kelly et al., 2010), sendo que o coeficiente de variação encontrado com utilização de G10 (aproximadamente 18%) (Kelly et al., 2010) é comparável ao encontrado neste estudo (18%). Desta forma, embora a utilização de dentes humanos seja susceptível a inserção de outras variáveis no estudo, como tamanho da câmara pulpar, quantidade de dentina remanescente e número e disposição das raízes, existem

alguns cuidados, segundo Zogheib (2010), que podem ser considerados para minimizar essas desvantagens, atingindo coeficientes de variação relativamente baixos, como o deste estudo. São eles: a verificação de ausência de discrepância significativa no tamanho das coroas, seleção dos dentes com morfologia e integridade estrutural semelhantes, a técnica de preparo e a obtenção das coroas, e distribuição randômica dos espécimes nos grupos. Outra opção de substituição da utilização de dentes humanos pode ser o uso de dentes bovinos. No caso deste estudo, optou-se pela utilização de terceiros molares humanos, pois os dentes bovinos são mais utilizados em substituição aos dentes humanos anteriores.

De acordo com Rosentritt et al. (2011), a utilização de dentes naturais com a simulação do ligamento periodontal é a mais indicada para os estudos *in vitro*, o que justifica a metodologia deste trabalho. A inclusão da raiz dentária, em alguns materiais, pode reproduzir a capacidade óssea de amortecimento das cargas mastigatórias para que os testes de resistência à fratura obtenham valores mais próximos da realidade clínica (Soares et al., 2005). Embora alguns autores não informem a utilização de simuladores de tecido ósseo laboratorialmente (Bindl et al., 2006; Heintze et al., 2008; Guess et al., 2010), o gesso (Attia e Kern, 2004), a resina acrílica (Soares et al., 2005; Saavedra et al., 2009; Sterzenbach et al., 2011), o poliuretano (Zogheib, 2010) e a resina de poliestireno (Soares et al., 2005) são materiais citados na literatura odontológica para esse fim. Porém, os estudos laboratoriais necessitam da utilização de materiais com características semelhantes as do tecido ósseo humano, como o módulo de elasticidade (Miyashiro et al., 2011; Moretti Neto et al., 2011) e a densidade (Moretti Neto et al., 2011). Como o poliuretano é homogêneo e tem propriedades semelhantes ao osso medular, ele acaba se tornando, atualmente, o material utilizado nos estudos biomecânicos de distribuição de força (Miyashiro et al., 2011). O módulo de elasticidade do poliuretano, quando respeitada a proporção do

fabricante durante a manipulação, é de aproximadamente 350 MPa (Miyashiro et al., 2011), valor compatível ao do tecido ósseo humano encontrado na literatura (Moretti Neto et al., 2011). Já simulação do ligamento periodontal pode ser realizada por materiais como poliuretano elastomérico, poliéter e polissiloxano (Soares et al., 2005; Sterzenbach et al., 2011). Porém, muitos pesquisadores negligenciam a importância deste passo (Soares et al., 2005). A utilização do ligamento periodontal leva a uma melhor distribuição de forças durante o teste de compressão (Soares et al., 2005). A mobilidade periodontal deve ser simulada, pelo menos, durante a ciclagem mecânica para excluir a possibilidade de superestimação dos valores de resistência à fratura de materiais friáveis (Rosentritt et al., 2011).

Quanto ao preparo dentário para coroa total, houve a necessidade de desenvolvimento de uma broca especial para este estudo, uma vez que as brocas existentes no Brasil são incapazes de resultar em preparos com inclinação de 6°, ideal para preparos de próteses unitárias livres de metal que serão confeccionadas pelo sistema CAD/CAM (Bindl et al., 2006; Heintze et al., 2008). As características do preparo foram semelhantes as dos estudos de Attia e Kern (2004), Bindl et al. (2006) e Guess et al. (2010).

O teste de resistência à fratura foi escolhido porque é capaz de fornecer informações significativas para os cirurgiões dentistas clínicos, por meio da comparação do desempenho de sistemas restauradores totalmente cerâmicos, além de auxiliar no esclarecimento das variáveis clinicamente relevantes (Kelly, 1999). Neste teste, é importante que uma película de acetato seja intercalada entre o pistão aplicador da carga e a amostra, tanto na ciclagem mecânica quanto no teste de compressão, como foi feito neste estudo, para garantir um contato mais amplo, com melhor distribuição de força por toda a restauração (Kelly, 1999) e evitar que a possível origem da fratura fosse na superfície oclusal.

O parâmetro utilizado para ciclagem termomecânica foi selecionado com base nos estudos que utilizaram este mesmo tipo de ciclagem (Rosentritt et al., 2000; Komine et al., 2004; Stappert et al., 2006), mas a carga aplicada foi alterada para 100 N de acordo com a análise de Weibull. A força aplicada durante a mastigação pode variar consideravelmente de acordo com o paciente (Gibbs et al., 2002), com amplitude de 244 N a 1243 N (Gibbs et al., 1981). Já nos testes *in vitro* a carga que simula a tensão mastigatória pode ser de 100 N a 700 N (Kelly, 1999). A frequência aplicada neste estudo foi de 3.8 Hz, diferente da frequência mastigatória que é de aproximadamente 1.2 Hz (Jemt et al., 1979). Porém, a frequência da ciclagem mecânica não causa alterações nos valores de resistência a fratura (Kelly et al., 2010). A quantidade de ciclos mecânicos empregada neste estudo ($1,2 \times 10^6$) corresponde a cinco anos de utilização clínica (Rosentritt et al., 2000; Komine et al., 2004; Stappert et al., 2006). Esta quantidade de ciclos mecânicos necessários para simular a utilização clínica dos materiais metálicos, resinosos ou cerâmicos foi determinada comparando-se o tamanho do desgaste dessas estruturas encontradas *in vivo* por ano com a quantidade de ciclos necessária para causar o mesmo dano *in vitro* (Krejci et al., 1993). Por outro lado, considerando que um indivíduo faça três refeições por dia, com 15 min de mastigação, e com frequência de 1 Hz, ele mastiga 2.700 vezes por dia, o que significa 10^6 vezes por ano de mastigação. Mas nem todo ciclo mastigatório é ativo, ou seja, nem sempre a tensão máxima vai ser aplicada na restauração ou no dente. Portanto, este total de ciclos correspondente a um ano pode ser reduzido (Wiskott et al., 1995).

As amostras que foram submetidas à ciclagem termomecânica não sofreram redução na sua resistência à fratura, independente da realização do tratamento de superfície pós condicionamento. Na literatura, existem diversos estudos que realizam a ciclagem mecânica, associada ou não a ciclagem térmica, com o objetivo de enfraquecer o material para depois fraturarem as coroas em um ensaio

de compressão (Attia, Kern, 2004; Attia et al., 2006; Heintze et al., 2008; Borges et al., 2009). Laboratorialmente, as coroas cerâmicas a base de dissilicato de lítio tem apresentado uma boa resistência mecânica que não se reduz após ciclagem mecânica e/ou térmica, com resultados melhores que os encontrados para cerâmicas a base de zircônia ou feldspato (Attia, Kern, 2004; Heintze et al., 2008; Guess et al., 2010). Isto corrobora também com achados clínicos, uma vez que estas coroas tiveram percentual de falhas variando entre 0 a 5%, em estudos que fizeram acompanhamento de pacientes com coroas de dissilicato de lítio por dois a dez anos (Taskonak, Sertgoz, 2006; Valenti, Valenti, 2009; Etman, Woolford, 2010; Fasbinder et al., 2010; Reich et al., 2010). Optou-se pela realização da ciclagem termomecânica porque quando o processo de envelhecimento artificial não é realizado nos testes laboratoriais, a previsão do sucesso a longo prazo obtida pode ser limitada ou enganosa (Heintze et al., 2011). Há a necessidade de realização de ciclagem termomecânica de coroas cerâmicas a base de dissilicato de lítio que simulem maiores tempos de utilização clínica, para que haja a queda da resistência a fratura, uma vez que o protocolo utilizado foi incapaz de fragilizar o material.

O condicionamento com HF é necessário antes da cimentação de coroas cerâmicas, para a formação de microporosidades na superfície, devido à dissolução da fase vítrea (Edris et al., 1990) e projeção dos cristais de dissilicato de lítio, que sobressaem desta matriz (Spohr et al., 2003; Hooshmand et al., 2008). Estas irregularidades são responsáveis pelo embricamento mecânico entre o cimento resinoso e a cerâmica. A adesão mecânica associada à adesão química, obtida pela utilização do silano, resulta em alta resistência de união entre os componentes das restaurações cerâmicas (Edris et al., 1990; Jardel et al., 1999; Meyer-Filho et al., 2004; Nagai et al., 2005; Salvio et al., 2007; Panah et al., 2008; Torres et al., 2009).

Os precipitados ácidos são observados no interior dos sulcos e dos canais de profundidade e tamanho variáveis formados pelo condicionamento com HF (Peumans et al., 1999; Canay et al., 2001; Leite, 2005; Magne, Cascione, 2006; Saavedra, 2006; Saavedra, 2008; Martins, 2009; Zogheib, 2010). Esses precipitados são capazes de reduzir a resistência de união entre a cerâmica e materiais resinosos quando não são removidos (Leite, 2005; Saavedra, 2006; Martins, 2009), mas não existe um consenso na literatura quanto ao melhor procedimento para sua eliminação. Na análise em MEV, é possível verificar a ausência dos precipitados, formados após condicionamento com HF, eliminados por meio de banho ultrassônico (Peumans et al., 1999; Leite, 2005; Magne, Cascione, 2006; Saavedra, 2006; Martins, 2009; Belli et al., 2010), banho ultrassônico associado ao processo de neutralização (Saavedra, 2006; Zogheib, 2010), aplicação de acetona (Martins, 2009), utilização de álcool (Martins, 2009), condicionamento com ácido fosfórico a 37% associado ao banho ultrassônico (Belli et al., 2010), e até mesmo somente pela lavagem com jato de ar-água (Belli et al., 2010). A neutralização sem a realização do banho ultrassônico é incapaz de eliminar os precipitados (Saavedra, 2006), e pode levar a queda da resistência de união quando os grupos não neutralizados são comparados àqueles que foram submetidos a este tratamento de superfície pós condicionamento (Saavedra, 2006; Saavedra et al., 2009; Amaral et al., 2010). Assim, optou-se neste estudo para a avaliação do efeito do processo de neutralização associado ao banho ultrassônico na resistência à fratura de coroas cerâmicas, uma vez que este protocolo levou a maiores valores de resistência de união (Saavedra, 2006) e em melhor eliminação do precipitado ácido, evidenciando um padrão superficial de poros mais amplos e limpos (Zogheib, 2010).

Levando em consideração estas informações, subentende-se que com o aumento da resistência de união entre cimento e cerâmica, ocorreria uma melhora nas propriedades mecânicas da

restauração, uma vez que o processo de cimentação pode influenciar a resistência mecânica das cerâmicas (Leite, 2005; Clelland et al., 2007; Saavedra, 2008). No entanto, no teste de flexão o tratamento de superfície pós condicionamento não levou ao aumento da resistência mecânica de barras cerâmicas (Saavedra, 2008), muito menos da resistência à fratura de coroas cerâmicas (Zogheib, 2010). Embora as forças que atuam em coroas sejam muito mais complexas, porque existe a interação entre três materiais de diferentes módulos de elasticidade (cimento, dentina e cerâmica), do que as que atuam em barras utilizadas para os testes de flexão, os resultados de resistência mecânica foram semelhantes. Isto corrobora com o fato de não ter sido encontrado alteração nos valores de resistência à fratura das coroas cerâmicas deste estudo com a utilização do tratamento de superfície pós condicionamento proposto. Porém, nenhum estudo avaliou o efeito deste tratamento a longo prazo, já que a utilização do neutralizador tem como objetivo limitar o efeito do condicionamento ácido (Saavedra, 2006) e é associada ao banho ultrassônico para remoção dos precipitados. Assim, a realização dos tratamentos de superfície pós condicionamento deveria ser estudada após um certo período de tempo, para avaliação de sua necessidade na obtenção de trabalhos restauradores mais qualificados (Saavedra, 2008). Sob esta justificativa, realizou-se a ciclagem termomecânica neste estudo. Foi possível observar que o envelhecimento não influenciou nos valores de resistência à fratura, o que indica que do ponto de vista clínico e a longo prazo, a neutralização associada ao banho ultrassônico não traz benefícios para o sistema coroa-cimento-dente.

A resistência à fratura de coroas cerâmicas a base de dissilicato de lítio vai estar mais relacionada ao módulo de elasticidade do cimento, a posição da aplicação da carga e ao dente suporte (Rekow et al., 2006) do que ao tratamento de superfície pós condicionamento. Embora o fabricante indique que seja realizada a neutralização antes da cimentação, existe a dificuldade de se adquirir este material, e a

neutralização realizada isoladamente não produz nenhum benefício para a resistência adesiva (Saavedra, 2006; Saavedra et al., 2009; Amaral et al., 2010). Além disso, utilizar os tratamentos de superfície pós condicionamento, só acarreta no aumento do número de passos clínicos. A aplicação do jato de ar-água pode ser muito eficaz na limpeza das superfícies cerâmicas, o que indica que procedimentos simples eliminam a necessidade de técnicas mais complexas, longas e onerosas (Belli et al., 2010). Adicionalmente, os achados da literatura são controversos sobre o real efeito deste protocolo na resistência de união entre cerâmica e resina, uma vez que outros autores encontraram que a neutralização associado ao banho ultrassônico não removeu os precipitados e causou redução na resistência de união, porque não aumentou o pH nem reduziu o ângulo de contato da superfície cerâmica (Amaral et al., 2010).

Para que esses resultados do teste de compressão sejam relevantes, a fratura da coroa deve ocorrer de forma semelhante às aquelas observadas clinicamente (Kelly, 1999). Do ponto de vista da análise visual do modo de falha, pelo método de Burke, foi possível verificar que independente do grupo experimental, a maioria dos dentes fraturaram em conjunto com a coroa e raiz (Modo V), diferente do estudo de Zogheib (2010), em que esta situação ocorreu, mas em uma parte pequena das amostras. Em um dente fragilizado, pode-se verificar que quando a coroa é à base de um material com alto módulo de elasticidade, os níveis de tensão de tração no teste de compressão são baixos na interface cimento/restauração (Potiket et al., 2004; Campos et al., 2011) e a fratura tende a envolver o dente remanescente e a raiz (Potiket et al., 2004; Campos et al., 2011). Isto se explica pela alta resistência de união na interface cimento/restauração (Campos et al., 2011) ou pelo fato de que, embora haja a simulação do ligamento periodontal, a região de furca do dente se torna um ponto de apoio secundário onde pode existir uma maior concentração de tensão.

Por isso, a análise fractográfica se fez necessária, uma vez que a falha poderia se originar do dente e não da coroa cerâmica, inviabilizando o estudo. Após esta análise, foi possível verificar que a origem da fratura foi encontrada na interface cimento/restauração. Quando a restauração é constituída de duas camadas (infra-estrutura associada a uma cerâmica de cobertura), a origem da fratura clinicamente tende a ocorrer na região onde a infra-estrutura se encontra delgada (Quinn et al., 2005), ou a falha ocorre por delaminação da cerâmica de cobertura (Aboushelib et al., 2007; Coelho et al., 2009). Já as restaurações monolíticas tendem a se fraturar em duas partes (Quinn et al., 2005), como ocorreu neste estudo, e sua possível origem da fratura pode ser na superfície de cimentação (Kelly, 1999; Bindl et al., 2006; Kelly et al., 2010), corroborando com estes resultados. Outra vertente demonstrou que a aplicação de cargas verticais em coroas cerâmicas, analisadas pelo método de elementos finitos, leva a concentração de tensão de tração associada à de compressão em torno do ponto da aplicação de carga, o que gera a propagação da trinca da superfície oclusal em direção a linha de cimentação (Campos et al., 2011). Devido à falta de consenso na literatura, há a necessidade de estudos que relatem a possível origem da fratura, clinicamente, neste tipo de restauração cerâmica a base de dissilicato de lítio e se de fato ocorreria também a fratura da estrutura dentária remanescente. Caso este padrão se repita clinicamente, se torna uma desvantagem a utilização deste material, uma vez que resultaria provavelmente na perda do elemento dentário. Por outro lado, se esta situação não ocorre *in vivo*, a fratura do remanescente dentário neste estudo se caracteriza como uma limitação da utilização de dentes humanos.

Adicionalmente, como não existe a necessidade de aplicação de cerâmica de cobertura nas coroas de IPS e.max CAD, este sistema se constitui numa escolha adequada para confecção de restaurações, já que não é susceptível a delaminação e mesmo a amostra

que apresentou menor valor de resistência a fratura (aproximadamente 1594 N), se mostrou com valores maiores do que carga máxima da mastigação reportada na literatura, de 1243N (Gibbs et al., 1981).

Baseado na metodologia aplicada, e nos resultados encontrados, sugere-se que a realização da neutralização associada ao banho ultrassônico pós condicionamento não é necessária para aprimorar a resistência à fratura de coroas de dissilicato de lítio. Porém, mais estudos se fazem necessários, com maior avaliação a longo prazo, associada à ciclagem termomecânica efetiva, para fragilização do material estudado. Além disso, os protocolos de envelhecimento devem ser mais pesquisados e esclarecidos quanto a sua real correspondência clínica, assim como as metodologias que tendem a se aproximar do que ocorre *in vivo*.

7 CONCLUSÃO

A resistência à fratura de coroas cerâmicas para dentes posteriores a base de dissilicato de lítio não é influenciada pela associação entre neutralização e banho ultrassônico, independente da realização de ciclagem termomecânica. O protocolo de ciclagem termomecânica deste estudo foi ineficaz para redução da resistência a fratura das coroas cerâmicas a base de dissilicato de lítio.

8 REFERÊNCIAS*

Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. *Dent Mater*. 2007 Aug;23(8):952-9.

Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. Resin strengthening of dental ceramics- the impact of surface texture and silane. *J Dent*. 2007 May;35(5):416-24.

Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent*. 1995 May;73(5):464-70.

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 [Epub ahead of print]. *J Adhes Dent*. 2010.

Attia A, Abdelaziz KM, Freitag S, Kern M. Fracture load of composite resin and feldspathic all-ceramic CAD/CAM crowns. *J Prosthet Dent*. 2006 Feb;95(2):117-23.

Attia A, Kern M. Influence of cyclic loading and luting agents on the fracture load of two all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent*. 2004 Dec;92(6):551-6.

* 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.html

Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent*. 2008 Feb;99(2):123-30.

Belli R, Guimaraes JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent*. 2010 Aug;12(4):295-303.

Bindl A, Luthy H, Mormann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. *Dent Mater*. 2006 Jan;22(1):29-36.

Borges GA, Caldas D, Taskonak B, Yan J, Sobrinho LC, de Oliveira WJ. Fracture loads of all-ceramic crowns under wet and dry fatigue conditions. *J Prosthodont*. 2009 Dec;18(8):649-55.

Burke FJ, Fleming GJ, Abbas G, Richter B. Effectiveness of a self-adhesive resin luting system on fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2006 Dec;14(4):185-8.

Campos RE, Soares CJ, Quagliatto PS, Soares PV, de Oliveira OB, Jr., Santos-Filho PC, Salazar-Marcho SM. In vitro study of fracture load and fracture pattern of ceramic crowns: a finite element and fractography analysis. *J Prosthodont*. 2011 Aug;20(6):447-55.

Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil*. 2001 Jan;28(1):95-101.

Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent*. 1998a Jan;26(1):53-8.

Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. *Oper Dent*. 1998b Sep-Oct;23(5):250-7.

Clavijo VGR, Souza NC, Andrade MF. IPS e.Max: harmonização do sorriso. R Dental Press Estét. 2007 jan/fev/mar;4(1):33-49.

Clelland NL, Ramirez A, Katsube N, Seghi RR. Influence of bond quality on failure load of leucite- and lithia disilicate-based ceramics. J Prosthet Dent. 2007 Jan;97(1):18-24.

Coelho PG, Bonfante EA, Silva NR, Rekow ED, Thompson VP. Laboratory simulation of Y-TZP all-ceramic crown clinical failures. J Dent Res. 2009 Apr;88(4):382-6.

Culp L, McLaren EA. Lithium disilicate: the restorative material of multiple options. Compend Contin Educ Dent. 2010 Nov-Dec;31(9):716-20, 22, 24-5.

Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. Int J Prosthodont. 2002 May-Jun;15(3):248-53.

Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthodont. 2002 Mar-Apr;15(2):159-67.

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

Edris A, Jabr A, Cooley RL, Barghi N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. J Prosthet Dent. 1990 Dec;64(6):734-9.

Etman MK, Woolford MJ. Three-year clinical evaluation of two ceramic crown systems: a preliminary study. J Prosthet Dent. 2010 Feb;103(2):80-90.

Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two-year report. J Am Dent Assoc. 2010 Jun;141 Suppl 2:10S-4S.

Flor PCGM, Bottino MA, Buso L, Valandro LF, Galhano GÁ, Camargo FP. Efeito da neutralização do ácido fluorídrico na resistência adesiva entre um cimento resinoso e uma cerâmica prensada. *Pesq Odontol Bras*. 2003;17(2):76.

Gibbs CH, Anusavice KJ, Young HM, Jones JS, Esquivel-Upshaw JF. Maximum clenching force of patients with moderate loss of posterior tooth support: a pilot study. *J Prosthet Dent*. 2002 Nov;88(5):498-502.

Gibbs CH, Mahan PE, Lundeen HC, Brehnan K, Walsh EK, Holbrook WB. Occlusal forces during chewing and swallowing as measured by sound transmission. *J Prosthet Dent*. 1981 Oct;46(4):443-9.

Guess PC, Zavanelli RA, Silva NR, Bonfante EA, Coelho PG, Thompson VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. *Int J Prosthodont*. 2010 Sep-Oct;23(5):434-42.

Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater*. 1992 Jul;8(4):238-40.

Heintze SD, Cavalleri A, Zellweger G, Buchler A, Zappini G. Fracture frequency of all-ceramic crowns during dynamic loading in a chewing simulator using different loading and luting protocols. *Dent Mater*. 2008 Oct;24(10):1352-61.

Heintze SD, Albrecht T, Cavalleri A, Steiner M. A new method to test the fracture probability of all-ceramic crowns with a dual-axis chewing simulator. *Dent Mater*. 2011 Feb;27(2):e10-9.

Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics. *J Prosthodont*. 2008 Jul;17(5):415-9.

Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999 Jan-Feb;12(1):59-64.

Jemt T, Karlsson S, Hedegard B. Mandibular movements of young adults recorded by intraorally placed light-emitting diodes. *J Prosthet Dent*. 1979 Dec;42(6):669-73.

Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 1999 Jun;81(6):652-61.

Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent*. 2010 Oct;104(4):228-38.

Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent*. 2005 Oct;94(4):357-62.

Kina S. Cerâmicas dentárias. *R Dental Press Estét*. 2005;2(2):112-28.

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

Komine F, Tomic M, Gerds T, Strub JR. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent*. 2004 Oct;92(4):359-64.

Koutayas SO, Kern M, Ferraresso F, Strub JR. Influence of design and mode of loading on the fracture strength of all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures: an in vitro study in a dual-axis chewing simulator. *J Prosthet Dent*. 2000 May;83(5):540-7.

Krejci I, Lutz F, Reimer M, Heinzmann JL. Wear of ceramic inlays, their enamel antagonists, and luting cements. *J Prosthet Dent*. 1993 Apr;69(4):425-30.

Leite FPP. Efeito do tempo de condicionamento e da limpeza em aparelho sônico do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: UNESP - Univ Estadual Paulista; 2005.

Magne P, Cascione D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*. 2006 Nov;96(5):354-61.

Martins MEMN. Efeito da limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico, por meio de diferentes soluções, sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso: análise por MEV e teste de tração [dissertação]. Juiz de Fora: Faculdade de Odontologia de Juiz de Fora: UFJF; 2009.

Meyer-Filho A, Vieira LC, Araujo E, Monteiro Junior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont*. 2004 Mar;13(1):28-35.

Miyashiro M, Suedam V, Moretti Neto RT, Ferreira PM, Rubo JH. Validation of an experimental polyurethane model for biomechanical studies on implant supported prosthesis--tension tests. *J Appl Oral Sci*. 2011 May-Jun;19(3):244-8.

Moretti Neto RT, Hiramatsu DA, Suedam V, Conti PC, Rubo JH. Validation of an experimental polyurethane model for biomechanical studies on implant-supported prosthesis--compression tests. *J Appl Oral Sci*. 2011 Jan-Feb;19(1):47-51.

Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *J Oral Rehabil*. 2005 Aug;32(8):598-605.

Oh WS, Shen C. Effect of flame cleaning of ceramic surface on the bond strength of composite to ceramic. *J Oral Rehabil*. 2005 Feb;32(2):141-4.

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

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. *J Prosthodont*. 2008 Jul;17(5):409-14.

Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater*. 1999 Mar;15(2):105-19.

Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont*. 1995 Mar-Apr;8(2):187-94.

Potiket N, Chiche G, Finger IM. *In vitro* fracture strength of teeth restored with different all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent*. 2004 Nov;92(5):491-5.

Quinn GD. *Fractography of Ceramics and Glasses*. Washington: National Institute of Standards and Technology; 2007.

Quinn JB, Quinn GD, Kelly JR, Scherrer SS. Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures. *Dent Mater*. 2005 Oct;21(10):920-9.

Reich S, Fischer S, Sobotta B, Klapper HU, Gozdowski S. A preliminary study on the short-term efficacy of chairside computer-aided design/computer-assisted manufacturing-generated posterior lithium disilicate crowns. *Int J Prosthodont*. 2010 May-Jun;23(3):214-6.

Rekow ED, Harsono M, Janal M, Thompson VP, Zhang G. Factorial analysis of variables influencing stress in all-ceramic crowns. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):125-32.

Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic-lithium disilicate. *Journal Compilation*. 2010;22(5):332-41.

Rosentritt M, Behr M, van der Zel JM, Feilzer AJ. Approach for valuating the influence of laboratory simulation. *Dent Mater*. 2009 Mar;25(3):348-52.

Rosentritt M, Plein T, Kolbeck C, Behr M, Handel G. In vitro fracture force and marginal adaptation of ceramic crowns fixed on natural and artificial teeth. *Int J Prosthodont*. 2000 Sep-Oct;13(5):387-91.

Rosentritt M, Behr M, Scharnagl P, Handel G, Kolbeck C. Influence of resilient support of abutment teeth on fracture resistance of all-ceramic fixed partial dentures: an in vitro study. *Int J Prosthodont*. 2011 Sep-Oct;24(5):465-8.

Rosentritt M, Behr M, Gebhard R, Handel G. Influence of stress simulation parameters on the fracture strength of all-ceramic fixed-partial dentures. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):176-82.

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

Saavedra GSFA. Efeito da neutralização do ácido fluorídrico, limpeza sônica dos precipitados e a cimentação sobre a resistência à flexão de uma cerâmica vítrea [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2008.

Saavedra GSFA. Efeito da neutralização e limpeza sônica do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2006.

Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, de Goes MF, Knowles JC. Effect of water storage and surface treatments on the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. *J Prosthodont*. 2007 May-Jun;16(3):192-9.

Scherrer SS, Quinn GD, Quinn JB. Fractographic failure analysis of a Procera AllCeram crown using stereo and scanning electron microscopy. *Dent Mater*. 2008 Aug;24(8):1107-13.

Soares CJ, Pizi EC, Fonseca RB, Martins LR. Influence of root embedment material and periodontal ligament simulation on fracture resistance tests. *Braz Oral Res*. 2005 Jan-Mar;19(1):11-6.

Spohr AM, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhorette MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont*. 2003 May-Jun;16(3):277-82.

Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res*. 1987 Sep;66(9):1460-5.

Stappert CF, Att W, Gerds T, Strub JR. Fracture resistance of different partial-coverage ceramic molar restorations: An in vitro investigation. *J Am Dent Assoc*. 2006 Apr;137(4):514-22.

Sterzenbach G, Kalberlah S, Beuer F, Frankenberger R, Naumann M. In-vitro simulation of tooth mobility for static and dynamic load tests: A pilot study. *Acta Odontol Scand*. 2011 Sep;69(5):316-8.

Taskonak B, Sertgoz A. Two-year clinical evaluation of lithia-disilicate-based all-ceramic crowns and fixed partial dentures. *Dent Mater*. 2006 Nov;22(11):1008-13.

Toman M, Toksavul S, Artunc C, Turkun M, Schmager P, Nergiz I. Influence of luting agent on the microleakage of all-ceramic crowns. *J Adhes Dent*. 2007 Feb;9(1):39-47.

Torres SM, Borges GA, Spohr AM, Cury AA, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent*. 2009 Jul-Aug;34(4):399-407.

Tysowsky GW. The science behind lithium disilicate: a metal-free alternative. *Dent Today*. 2009 Mar;28(3):112-3.

Valenti M, Valenti A. Retrospective survival analysis of 261 lithium disilicate crowns in a private general practice. *Quintessence Int*. 2009 Jul-Aug;40(7):573-9.

Wiedhahn K. From blue to white: new high-strength material for Cerec--IPS e.max CAD LT. *Int J Comput Dent*. 2007 Jan;10(1):79-91.

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

Zogheib LV. Efeito da neutralização e remoção sônica do precipitado do ácido fluorídrico na resistência à fratura de coroas cerâmicas [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ. Estadual Paulista; 2010.

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. *Braz Dent J*. 2011;22(1):45-50.

ANEXO A - Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa

  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
Av. Eng. Francisco José Longo, 177 - 13.086-000
13.201-970 - P. (12) 3545.0029
Fax: (12) 3545.0010 / proreitoria@unesp.br



CERTIFICADO **Comitê de Ética em Pesquisa** **Com Seres Humanos**

CERTIFICAMOS, que o protocolo nº 067/2010-PH/CEP, sobre "Efeito da neutralização e remoção sônica do precipitado do ácido fluorídrico na resistência à fratura de coroas cerâmicas submetidas ao envelhecimento", sob a responsabilidade de **CAROLINE COTES MARINHO**, tendo como orientador o Prof. Adjunto **ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA**, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e Normas regulamentadoras de pesquisa, envolvendo seres humanos, conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado por este Comitê de Ética em Pesquisa.

São José dos Campos, 14 de dezembro de 2010.



Profa. Adjunta JANETE DIAS ALMEIDA
Coordenadora