

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS  
Programa de Pós-graduação em Odontologia

Riviane Alessandra Amaral da Cunha

**EFEITO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE CIMENTAÇÃO NA RESISTÊNCIA  
BIAXIAL DE LAMINADOS CERÂMICOS UNIDOS A UM CIMENTO  
RESINOSO FOTOPOLIMERIZÁVEL**

Belo Horizonte

2018

Riviane Alessandra Amaral da Cunha

**EFEITO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE CIMENTAÇÃO NA RESISTÊNCIA  
BIAXIAL DE LAMINADOS CERÂMICOS UNIDOS A UM CIMENTO  
RESINOSO FOTOPOLIMERIZÁVEL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração: Clínicas Odontológicas - Área Temática Prótese Dentária.

Linha de Pesquisa: Propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais Odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Coorientador: Prof. Dr. Rafael Ratto de Moraes

Belo Horizonte

2018

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

C972e Cunha, Riviane Alessandra Amaral da  
Efeito de diferentes técnicas de cimentação na resistência biaxial de laminados cerâmicos unidos a um cimento resinoso fotopolimerizável / Riviane Alessandra Amaral da Cunha. Belo Horizonte, 2018.  
75 f. : il.

Orientador: Alberto Nogueira da Gama Antunes  
Coorientador: Rafael Ratto de Moraes  
Dissertação (Mestrado) – Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

1. Facetas dentárias. 2. Cerâmicas dentárias. 3. Cimentação - Testes. 4. Material cerâmico – Testes. 5. Longevidade. 6. Restauração (Odontologia). I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Moraes, Rafael Ratto de. III. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 616.314-08

**Riviane Alessandra Amaral da Cunha**

**EFEITO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE CIMENTAÇÃO NA RESISTÊNCIA BIAXIAL DE LAMINADOS CERÂMICOS UNIDOS A UM CIMENTO RESINOSO FOTOPOLIMERIZÁVEL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia. Área de Concentração: Clínicas Odontológicas – Área Temática: Prótese Dentária.

**COMPOSIÇÃO DA BANCA EXAMINADORA:**

- 1- Prof. Dr. Rodrigo Richard da Silveira – UFMG
- 2- Prof. Dr. Paulo Isaias Seraidarian – PUC Minas
- 3- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

**DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 02 de fevereiro de 2018**

**A dissertação, nesta identificada, foi aprovada pela Banca Examinadora**

Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes  
**Orientador**

Prof. Dr. Rodrigo Villamarim Soares  
**Coordenador do Programa de Pós-graduação  
em Odontologia**

**Às minhas filhas queridas Catarina e Emanuelle,  
com a esperança de que este trabalho seja inspiração para  
trilharem seus caminhos, os quais a vida irá lhes apresentar.  
Determinação, verdade e fé são o que me movem!**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a presença constante de Deus e de meus guias espirituais em minha vida, tornando meus desafios mais amenos. Mostraram, pois, que é possível, com determinação, verdade, disciplina e persistência, alcançar a vitória.

A meus pais, Francisco e Sônia, os quais me proporcionaram a vinda terrena e que foram meus exemplos de caráter e ética. Sou grata por sua presença constante e dedicação.

Às minhas filhas, Catarina e Emanuelle, meus verdadeiros amores, grandes incentivadoras e que, através de simples sorrisos e abraços apertados, tornaram meus dias mais esperançosos. Agradeço também a meu esposo Roney, que me incentivou para que eu realizasse o Mestrado, compreendendo os momentos de minha ausência. Amo vocês!

À minha mãe e D. Doraci que cuidaram, com carinho e atenção, de minhas filhas nesse período. Desejo-lhes saúde e sabedoria para desfrutarem de tudo o de melhor nesse mundo.

A todos os professores da Pós-graduação de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais por oportunizarem tanto aprendizado durante esses anos.

Ao Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes, meu orientador agradeço pelos momentos de aprendizado proporcionados.

Ao Prof. Dr. Paulo Isaias Seraidarian que não foi simplesmente um mestre, mas um amigo que soube dignamente dizer palavras sábias, nas horas certas. Foi meu leme nos momentos mais difíceis e esteve sempre disposto a contribuir para o meu aprimoramento. Gratidão!

Ao professor do Curso de Engenharia Mecânica PUC Minas, Dr. Pedro Américo, que se dispôs a orientar-me nos estudos dos ensaios mecânicos.

Ao técnico de laboratório da Engenharia Mecânica, Lucas Wilker, que se dispôs a auxiliar nos testes de ensaio mecânico necessários para este estudo, além da realização do dispositivo para ensaio mecânico.

Ao Laboratório Clélio pela colaboração e atenção nos trabalhos laboratoriais.

Às secretárias do Mestrado Sylvania e Angélica, que me atenderam com carinho e atenção quando foram solicitadas. Desejo que essa vida lhes traga grandes vitórias, acompanhadas de pessoas realmente comprometidas como vocês.

Ao Prof. Dr. Wilson Batista Mendes por ser um grande incentivador de meu estudo. A oportunidade e o direcionamento a mim destinados permitiram resultados cada vez melhores. Obrigada pela confiança em mim depositada.

Ao Jairo Avelar que contribuiu imensamente para o direcionamento em minha vida, sempre ilustre na forma de instruir-me nas diretrizes necessárias à minha vida. Que seja iluminado e intuído sob a Luz Divina sempre! Obrigada!

Há um tempo em que é preciso abandonar as roupas usadas, que já tem a forma do nosso corpo, e esquecer os nossos caminhos, que nos levam sempre aos mesmos lugares. É o tempo da travessia: e, se não ousarmos fazê-la, teremos ficado, para sempre, à margem de nós mesmos. (FERNANDO PESSOA).

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi de avaliar o efeito da técnica de cimentação na resistência biaxial de cerâmicas com 1mm de espessura unidas ao cimento resinoso fotoativável RelyX™ Veneer WO (3M ESPE). Primeiramente, obteve-se a resistência à flexão e o módulo de elasticidade do cimento resinoso e da cerâmica feldspática pelo teste de flexão de três pontos (12mmx2mmx2mm), preparados de acordo com cada situação clínica. Em seguida, vinte e um discos de cerâmica feldspática VM7® Enamel (VITA) foram produzidas em um molde de silicone fluido, sinterizados e polidos. Foram divididos aleatoriamente em 3 grupos (n=7): G1, cerâmica feldspática, ácido fluorídrico 10%, por 2 minutos, 2 camadas de silano e cimento resinoso; G2, cerâmica feldspática, ácido fluorídrico 10%, por 2 minutos, 2 camadas de silano, 1 camada de adesivo e cimento resinoso e G3, cerâmica feldspática, ácido fluorídrico 10%, por 2 minutos, 2 camadas de silano, 1 camada de adesivo fotoativado por 20 segundos em superfície da cerâmica e cimento resinoso. Os discos cimentados foram armazenados em água destilada por 24 horas antes da realização do teste de resistência biaxial em que duas superfícies foram consideradas,  $t=0$  e  $z=-t_2$ . Adicionalmente, 3 pedaços fraturados, um de cada grupo, foram polidos e levados ao MEV (microscópio eletrônico de varredura) para visualização da morfologia da região e para a análise química da união em modo de leitura em EDS (espectroscopia por dispersão de energia). Os resultados foram submetidos a análise de variância 2-fatores e teste de Kruskal-Wallis com  $p<0,05$ . Assim, foi constatado que houve diferenças estatisticamente significantes no ensaio da resistência à flexão. A análise estatística detectou diferenças significantes de tensão biaxial na base da camada de cimento resinoso ( $z=-t_2$ ), sendo os maiores valores para a cerâmica cimentada apenas com o cimento (G1). Para região da base da cerâmica ( $t=0$ ) não houve diferenças estatísticas significativas entre os 3 grupos. Foi detectado pelo MEV e EDS um maior conteúdo de zircônia e sílica na região de interface do grupo que usou o cimento puro. Concluiu-se que a não utilização do adesivo em cimentação de laminados cerâmicos é técnica mais apropriada e a que resulta no maior valor de resistência biaxial.

Palavras-chave: Facetas cerâmicas. Protocolo clínico. Longevidade. Testes de materiais.

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of the cementation technique on the biaxial strength of 1mm thick ceramics bonded to the RelyX™ Veneer WO (3M ESPE) resin cement. The flexural strength and modulus of elasticity of resin cement and feldspathic ceramic were obtained by the three-point flexion test (12mmx2mmx2mm), prepared according to each clinical situation. Then, twenty-one VM7® Enamel feldspar ceramic discs (VITA) were produced using a silicone mold. They were randomly divided into 3 groups (n = 7): G1, feldspathic ceramics, 10% hydrofluoric acid for 2 minutes, 2 layers of silane and resin cement; G2, feldspathic ceramics, 10% hydrofluoric acid for 2 minutes, 2 layers of silane, 1 layer of adhesive and resin cement and G3, feldspathic ceramic, 10% hydrofluoric acid, 2 minutes, 2 layers of silane, 1 layer of adhesive photoactivated for 20 seconds on ceramic surface and resin cement. The cemented discs were stored in distilled water for 24 hours prior to performing the biaxial strength test where two surfaces were considered,  $t = 0$  and  $z = -t2$ . In addition, 3 fractured pieces, one from each group, were polished and taken to the SEM to morphology assessment of the bonded region and chemical analysis by using EDS reading mode (energy dispersion spectroscopy). The results were submitted to 2-way ANOVA and Kruskal-Wallis post-hoc test with  $p < 0.05$ . Thus, it was found that there were statistically significant differences in the biaxial test. Statistical analysis revealed significant differences in biaxial stress at the base of the resin cement layer ( $z = -t2$ ), with the highest values for cement only cemented with cement (G1). For region of the ceramic base ( $t = 0$ ) there were no significant statistical differences between the 3 groups. It was detected by SEM and EDS a higher zirconia and silica content in the interface region of the group that used the pure cement, G1. It was concluded that the non-use of the adhesive in the cementing of ceramic veneers is more appropriate technique and the one that results in the greater value of biaxial resistance.

Keywords: Ceramic veneers. Clinical protocol. Longevity. Materials tests.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

Bis-GMA	- bisfenol-A glicidil dimetacrilato
LED	- Light Emitting Diode
$\delta_f$	- resistência à flexão
$E_f$	- módulo de elasticidade da porcelana e do cimento resinoso
$E_1^*$	- Módulo de elasticidade da porcelana em função do Coeficiente de Poisson
$E_2^*$	- Módulo elasticidade do cimento resinoso em função do Coeficiente de Poisson
$\delta_{bf}$	- resistência biaxial
$T_1$	- espessura da cerâmica (mm)
$T_2$	- espessura do agente de cimentação (mm)
R	- raio da cerâmica
tn	- plano neutro
$\nu_1$	- coeficiente de Poisson da cerâmica
$\nu_2$	- coeficiente de Poisson do cimento resinoso
P	- carga em Newtons (N)
L	- comprimento do espécime (mm)
B	- largura do espécime (mm)
d	- espessura do espécime (mm)
D	- deslocamento (mm)
$z=0$	- posição z-axial central
$t=0$	- região da interface cerâmica/cimento resinoso
$z=-t_2$	- posição da ponta do dispositivo ao cimento resinoso
$mW/cm^2$	- megawatt por centímetro quadrado
mm/s	- milímetro por segundo
kN	- quilonewton
MEV	- Microscópio eletrônico de varredura
EDS	- Espectroscopia por dispersão de energia

## LISTA DE FIGURAS

- FIGURA 1: Principais materiais utilizados para confecção e cimentação dos laminados cerâmicos - a) pó da cerâmica feldspática; b) líquido da cerâmica feldspática; c) silano; d) adesivo fotopolimerizável; e) condicionador de porcelana (ácido fluorídrico 10%); f) cimento resinoso fotopolimerizável .....30
- FIGURA 2: Fluxograma da preparação dos espécimes de cimento resinoso para realização dos testes de resistência à flexão de três pontos - a) molde de borracha vaselinado; b) molde de borracha com cimento resinoso posicionado; c) tira de poliéster sem adesivo; d) tira de poliéster com adesivo não fotoativado; e) tira de poliéster com adesivo fotoativado; f), g) e h) tira de poliéster em posição no molde de borracha; i), j) e k) disco de cerâmica feldspática VITA<sup>®</sup>VM7(1 mm de espessura) sobre tira de poliéster; l) fotopolimerização do conjunto; m), n) e o) espécimes após acabamento e polimento; p), q) e r) espécimes em tubos de Eppendorf e água destilada.....32
- FIGURA 3: Confecção dos espécimes de cerâmica feldspática - a) molde de silicone fluido; b) molde de silicone fluido bipartido e remoção do espécime; c) espécime para sinterização; d) espécime de cerâmica após acabamento e polimento .....34
- FIGURA 4: Aferição das medidas dos espécimes cerâmicos com paquímetro digital - a) comprimento; b) altura e c) largura .....34
- FIGURA 5: Teste de ensaio mecânico de três pontos - a) máquina de ensaio mecânico - modelo EMIC 5 kN; b) espécime em posição em dispositivo de resistência à flexão.....35
- FIGURA 6: Confecção do molde de silicone fluido - a) placa de vidro com fita dupla face aderida aos discos; b) placas de vidro interpostas com o silicone fluido de e os discos entre elas; c) remoção da placa e obtenção do molde de silicone fluido .....37
- FIGURA 7: Confecção dos discos de cerâmica feldspática - a) molde em silicone fluido; b) molde seccionado com isolante para cerâmica após remoção dos excessos e o seu fundo; c) abertura do molde bipartido após modelação da mistura de pó e líquido de cerâmica; d) obtenção do disco para sinterização sobre gesso refratário; e) polimento do disco de cerâmica em lixa embebida de água destilada e f) disco de cerâmica para cimentação .....38
- FIGURA 8: Medidas e pesos dos discos de cerâmica feldspática - a) aferição das espessuras dos discos com paquímetro digital em cinco pontos e b) aferição do peso dos discos cerâmicos em balança de alta precisão.....38
- FIGURA 9: Fluxograma da cimentação dos discos cerâmicos.....40
- FIGURA 10: Teste de ensaio mecânico da resistência biaxial - a) dispositivo em posição; b) disco de cerâmica em posição no dispositivo de ensaio mecânico com lençol de borracha abaixo e acima do mesmo; c e d) disco fraturado após finalização do teste .....43
- FIGURA 11: Obtenção das imagens no MEV - a) Imagens MEV e leitura em EDS; b) metalização em ouro dos espécimes .....44

## LISTA DE QUADRO

QUADRO 1: Principais materiais utilizados na confecção e cimentação dos espécimes .....	29
---	----

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>25</b>
<b>2 OBJETIVOS.....</b>	<b>27</b>
2.1 Objetivo geral .....	27
2.2 Objetivos específicos.....	27
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>29</b>
3.1 Confecção dos espécimes de cimento resinoso fotopolimerizável .....	30
3.2 Confecção dos espécimes de cerâmica feldspática .....	33
3.3 Cálculo da resistência à flexão e do módulo de elasticidade do cimento resinoso e da cerâmica feldspática .....	34
3.4 Confecção dos discos de cerâmica feldspática .....	36
3.5 Cimentação dos discos de cerâmica feldspática .....	39
3.6 Cálculo do módulo de elasticidade da porcelana e do cimento resinoso, respectivamente, em função do coeficiente de Poisson respectivamente .....	41
3.7 Cálculo da resistência biaxial (Teste de Piston-on-ring) .....	42
3.8 Análise estatística .....	43
3.9 Análise das imagens do MEV e EDS .....	44
<b>4 ARTIGO .....</b>	<b>45</b>
<b>5 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>	<b>71</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>75</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As facetas cerâmicas ou laminados cerâmicos são restaurações utilizadas na reabilitação estética e funcional por meio de uma técnica minimamente invasiva, que viabiliza um desgaste reduzido de tecido dentário (GRESNIGT; ÖZCAN, 2011; CUNHA et al., 2017; VENEZIANI, 2017).

Desde esta perspectiva, para que se obtenha a união das facetas cerâmicas ao substrato dentário é necessário um protocolo de cimentação que proporcione a união micromecânica e química eficaz entre o substrato dental, material resinoso e a restauração indireta. Para tanto, o tecido dental é modificado pelo ácido fosfórico e pelos adesivos, ao passo que a cerâmica ácido-sensível recebe ácido fluorídrico e silano para que a interação dos materiais resinosos com a fase vítrea dessa cerâmica aconteça de forma satisfatória. Em outras palavras, isso se faz necessário a fim de que se consiga melhorar os valores de resistência da união cerâmica/dente e compensar a friabilidade do material cerâmico (GRESNIGT; ÖZCAN, 2011).

A respeito da utilização do ácido fluorídrico em gel, ele é aplicado em concentração que varia entre 8 a 10%, respeitando-se o tempo de condicionamento, de acordo com o tipo de cerâmica utilizada, com o objetivo de remover a matriz vítrea e criar irregularidades que melhorem o potencial adesivo entre as referidas superfícies e promover maior molhabilidade e energia livre de superfície (DELLA BONNA; SHEN; ANUSAVICE, 2004). Posteriormente, procede-se a aplicação do agente de união silano, o qual fará o elo entre a matriz orgânica do cimento resinoso e a matriz inorgânica da cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico (SÖDERHOLM; SHANG, 1993; DEBNATH et al., 2003; DELLA BONNA; SHEN; ANUSAVICE, 2004). É válido ressaltar, no entanto, que existe uma variabilidade de protocolo de cimentação (sobre usar ou não o adesivo) dos laminados dentários envolvendo, também, a fotoativação ou não do adesivo na superfície da cerâmica (FURUSE et al., 2018). Nesse panorama, portanto, torna-se relevante a verificação das técnicas de cimentação existentes, bem como, efetuar a avaliação do reforço que elas proporcionam às cerâmicas, para que se consiga alcançar o melhor resultado para cada caso. Isto posto, o objetivo do presente estudo foi de avaliar a eficácia das técnicas de cimentação na resistência biaxial das facetas cerâmicas com cimento resinoso fotopolimerizável, envolvendo o efeito da fotoativação e não fotoativação do adesivo na cerâmica feldspática de 1 mm de espessura.



## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

Avaliar o efeito da técnica de cimentação das facetas cerâmicas na resistência biaxial e, também, a resistência à flexão e o módulo de elasticidade do cimento resinoso e da cerâmica feldspática.

### **2.2 Objetivos específicos**

- a) determinar os valores do módulo de elasticidade e resistência à flexão, por meio do ensaio mecânico de flexão de três pontos, da cerâmica feldspática e do cimento resinoso fotopolimerizável variando a técnica de cimentação;
- b) avaliar a interferência da fotoativação e a não-fotoativação do adesivo na resistência biaxial das facetas cerâmicas de espessura 1 mm;
- c) avaliar a espessura em mm de cada conjunto de cerâmica cimentada.
- d) avaliar a composição química da interface adesiva por meio do EDS (espectroscopia por dispersão de energia) no MEV (microscópio eletrônico de varredura);



### 3 MATERIAL E MÉTODOS

O quadro abaixo descreve os materiais e sua composição química, marca e lote que foram utilizados na realização dos espécimes e cimentação dos mesmos, a saber:

**Quadro 1: Principais materiais utilizados na confecção e cimentação dos espécimes**

Material	Lote	Marca	Composição química
<b>Cerâmica feldspática VITAVM<sup>®</sup>7 (pó e líquido)</b>	45360 44690 66470	VITA	<b>Pó:</b> SiO <sub>2</sub> (62-65%), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (14-15%) Na <sub>2</sub> O (4-5%), K <sub>2</sub> O (7-8%), CaO (1-2%), ZrO <sub>2</sub> (0,2-0,8%) e B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6-7%) <b>Líquido:</b> água destilada, SrCl <sub>2</sub> , ZnCl <sub>2</sub> , Butanodiol, glicerina, benzoato de sódio, HCl
<b>Condicionador de porcelana (ácido fluorídrico 10%)</b>	332939J	Dentsply	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
<b>Silano RelyX<sup>™</sup> ceramic primer</b>	N878550	3M-ESPE	Álcool etílico, água e metacrilato de 3-trimetoxissililpropilo
<b>Adesivo Adper<sup>™</sup> Single Bond 2</b>	N804827	3M-ESPE	Etanol, Bis-GMA, silano tratado com filler de sílica, 2-hidroxietilmetacrilato, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano dimetacrilato
<b>Cimento resinoso fotopolimerizável RelyX<sup>™</sup> Veneer</b>	N851353 N873692	3M-ESPE	Cerâmica tratada com silano, dimetacrilato de 2, 2'-etilenodioxidietilo, Bis-GMA, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcionalizado e água.

Obs: Bis-GMA (bisfenol-A glicidil dimetacrilato)

Fonte: Vita, 2018 e 3M-ESPE, 2017

**Figura 1: Principais materiais utilizados para confecção e cimentação dos laminados cerâmicos - a) pó da cerâmica feldspática; b) líquido da cerâmica feldspática; c) silano; d) adesivo fotopolimerizável; e) condicionador de porcelana (ácido fluorídrico 10%); f) cimento resinoso fotopolimerizável**



Fonte: Elaborado pela autora

### 3.1 Confecção dos espécimes de cimento resinoso fotopolimerizável

Foram confeccionados 18 espécimes de dimensões de 12mm x 2mm x 2mm de cimento resinoso fotopolimerizável RelyX™ Veneer WO (3M ESPE) em um molde de borracha de rigidez média para espécimes em barra (ODEME- Dental Research, Santa Catarina, Brasil). Esse molde foi previamente isolado com vaselina líquida no local onde o material foi colocado para realização desses espécimes. Feito isso, a fotoativação foi realizada pelo aparelho LED (Light Emitting Diode) de amplo espectro VALO® (ULTRADENT-USA) com 1.000 mW/cm<sup>2</sup> de potência, em modo de polimerização standard na região central de cada espécime por 20s. Na etapa seguinte foi posicionada sobre esse cimento resinoso uma tira de poliéster e pressionado um disco de cerâmica feldspática VITA® VM7 de 1 mm de espessura sobre essa tira, a qual foi preparada de acordo com a condição de cada grupo. Outro aspecto importante a ser considerado é que a distância do aparelho fotopolimerizador ao disco de cerâmica foi de 5 mm. Esta distância foi mantida por meio da sobreposição de folhas de EVA, nas quais o fotoativador foi apoiado.

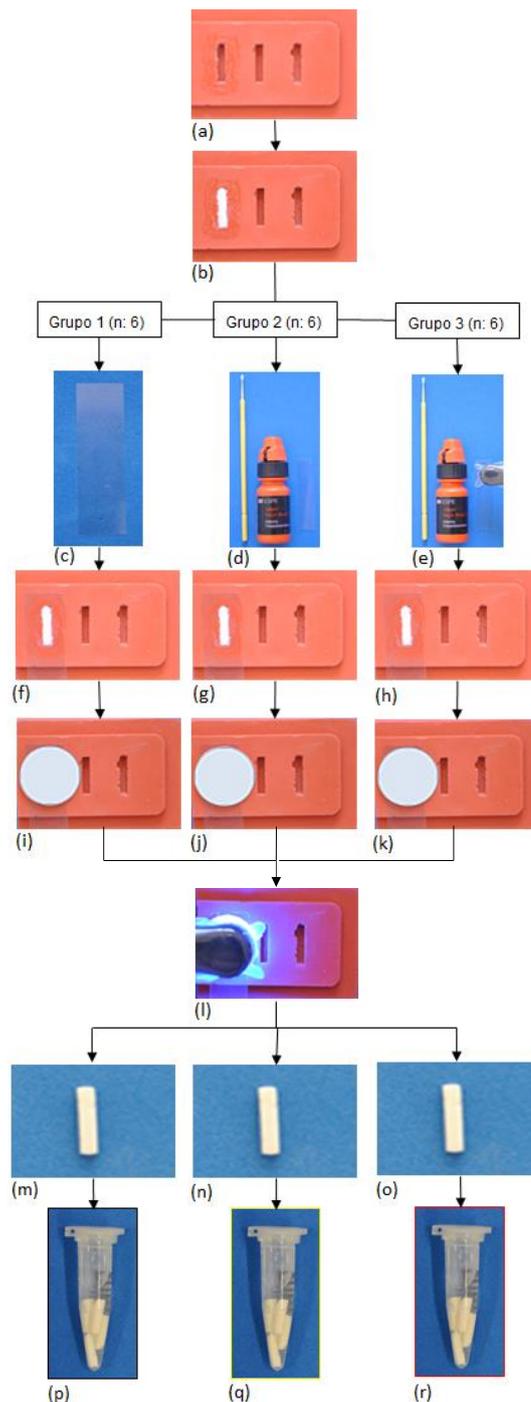
Isto posto, foram obtidos 3 grupos (n=6 para cada grupo) e confeccionados individualmente, considerando-se as seguintes condições:

- a) **Grupo 1:** cimento resinoso fotopolimerizável + tira de poliéster sem adesivo;
- b) **Grupo 2:** cimento resinoso fotopolimerizável + aplicação de adesivo Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE) não fotoativado em tira de poliéster;

- c) **Grupo 3:** cimento resinoso fotopolimerizável + aplicação de adesivo Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE) previamente fotoativado em tira de poliéster por 20 segundos.

Os espécimes foram removidos da matriz após o término da fotoativação e procedeu-se ao acabamento com lâmina de bisturi número 11 e polimento com lixa d'água de gramatura 2500 (Norton), embebida em água destilada. Suas medidas foram aferidas com o paquímetro digital (VONDER-modelo: PD150/150 mm) e eles foram armazenados em tubos de Eppendorf em temperatura ambiente, sem interferência da luz ambiente e realizados 24 horas antes da realização dos testes de resistência à flexão de três pontos, que serão tratados mais adiante neste trabalho.

**Figura 2: Fluxograma da preparação dos espécimes de cimento resinoso para realização dos testes de resistência à flexão de três pontos - a) molde de borracha vaselinado; b) molde de borracha com cimento resinoso posicionado; c) tira de poliéster sem adesivo; d) tira de poliéster com adesivo não fotoativado; e) tira de poliéster com adesivo fotoativado; f, g) e h) tira de poliéster em posição no molde de borracha; i, j) e k) disco de cerâmica feldspática VITA<sup>®</sup>VM7(1 mm de espessura) sobre tira de poliéster; l) fotopolimerização do conjunto; m, n) e o) espécimes após acabamento e polimento; p, q) e r) espécimes em tubos de Eppendorf e água destilada**



Fonte: Elaborado pela autora

### 3.2 Confeção dos espécimes de cerâmica feldspática

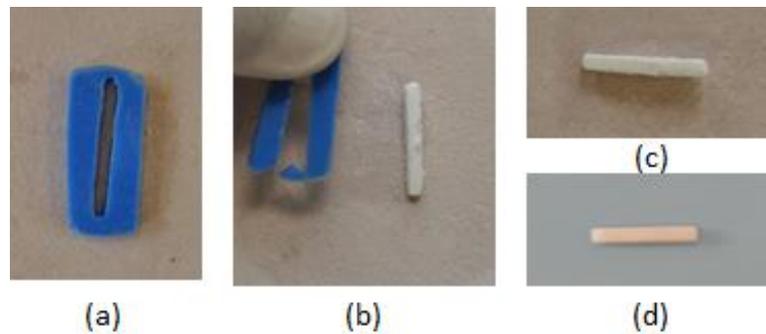
Foram realizados seis espécimes de cerâmica feldspática, obtidos do molde realizado com silicone fluido, de consistência regular da marca Aquasil Ultra LV regular (Dentsply- lote:150428) a partir de outro molde de borracha, de rigidez média, e que apresentava as mesmas medidas dos espécimes anteriores de cimento resinoso. Dito molde de silicone fluido foi seccionado em um dos seus lados e retirado o seu fundo (Fig. 3a) para que, assim, ao se remover a matriz do refratário, o espécime ficasse nesse refratário (Fig. 3b) e, então, procedesse à queima.

Em uma outra etapa, passou-se o isolante para cerâmica Megasep (OdontoMega-USA- ref:08-102) na matriz de fluido do silicone fluido seccionada em um dos lados, bem como no refratário em gesso (BegoForm<sup>®</sup> - BEGO) que apoiava esses espécimes. Assim, procedeu-se a mistura do pó de cerâmica feldspática VM7<sup>®</sup>Enamel (VITA) e do líquido VITAVM<sup>®</sup>Modelling (VITA) nas proporções indicadas pelo fabricante e cujo resultado foi colocado cuidadosamente no local do espécime, em mesa vibratória. Posteriormente, sua superfície foi nivelada com uma lâmina fina de aço e, após 1 minuto, a matriz de silicone foi removida, deixando o espécime de cerâmica não sinterizada no refratário (Fig. 3c).

Passou-se, então, à queima da cerâmica de acordo com as instruções do fabricante, e o acabamento dos espécimes (Fig. 3d) foi realizado com lâmina de bisturi e lixas d'água de gramaturas 400, 600 e 1200, nessa ordem, lubrificadas com água.

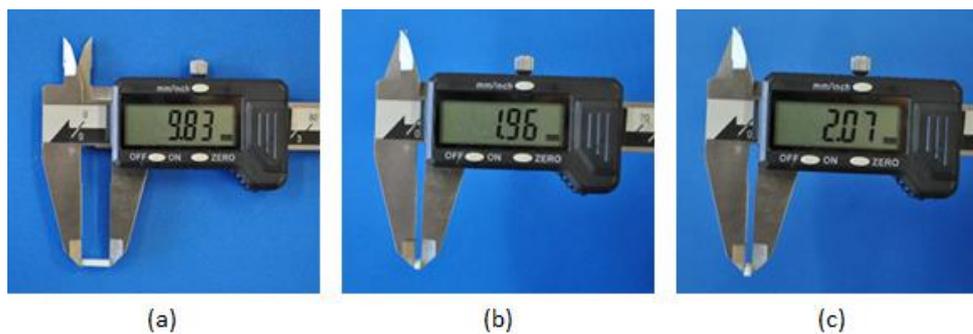
As medidas dos espécimes foram aferidas com paquímetro digital (VONDER-modelo PD150/150 mm) (Fig. 4a, 4b e 4c) e os mesmos foram armazenados em tubos de Eppendorf com água destilada à temperatura ambiente por 24 horas, antes da realização dos testes de resistência à flexão de três pontos.

**Figura 3: Confeção dos espécimes de cerâmica feldspática - a) molde de silicone fluido; b) molde de silicone fluido bipartido e remoção do espécime; c) espécime para sinterização; d) espécime de cerâmica após acabamento e polimento**



Fonte: Elaborado pela autora

**Figura 4: Aferição das medidas dos espécimes cerâmicos com paquímetro digital - a) comprimento; b) altura e c) largura**

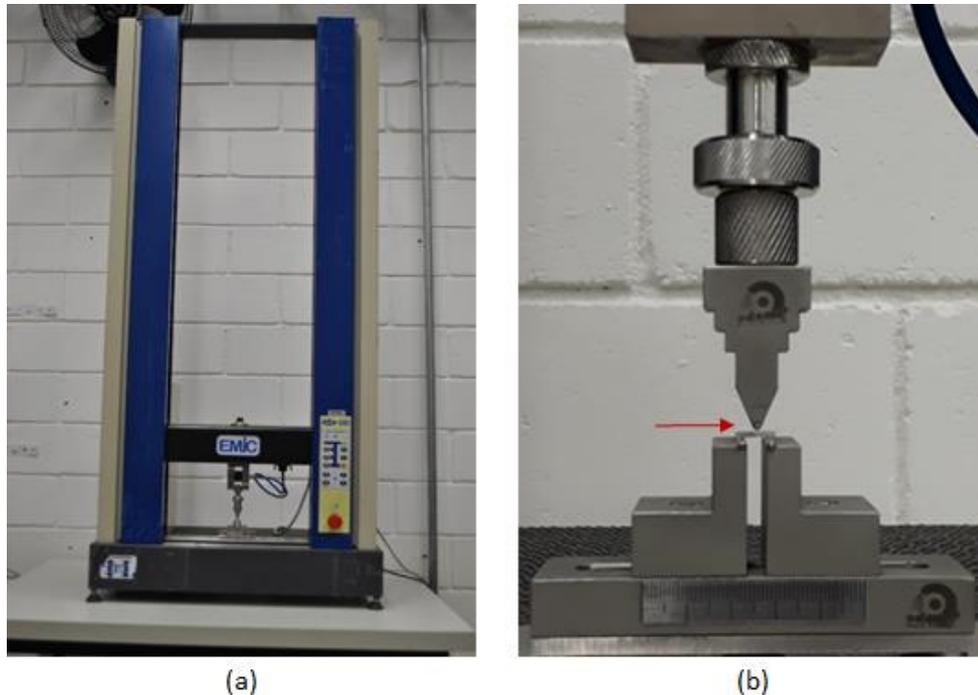


Fonte: Elaborada pela autora

### 3.3 Cálculo da resistência à flexão e do módulo de elasticidade do cimento resinoso e da cerâmica feldspática

Após a confecção dos espécimes de cimento resinoso e cerâmica feldspática, os mesmos foram submetidos ao teste de resistência à flexão de três pontos em máquina de ensaio mecânico (modelo EMIC 5 kN, Paraná, Brasil) (Fig. 5a) sob velocidade de 0,5 mm/s e força de 50N. Cada espécime foi colocado no centro do dispositivo da máquina (Fig. 5b) com a superfície lisa voltada para cima. Seguidamente, procedeu-se ao teste que analisou a deformação dos materiais quando submetidos a determinada força em ensaio mecânico, gerando o gráfico tensão x deformação pelo Software TESC.

**Figura 5: Teste de ensaio mecânico de três pontos - a) máquina de ensaio mecânico - modelo EMIC 5 kN; b) espécime em posição em dispositivo de resistência à flexão**



**Fonte: Elaborada pela autora**

Os valores do módulo de elasticidade e a resistência à flexão desses materiais foram calculados no programa Microsoft Excel, juntamente com as dimensões aferidas de cada espécime. Para o cálculo desses valores, foram utilizadas as mesmas equações para esses dois materiais, as quais se seguem:

- a) Cálculo da resistência à flexão do cimento resinoso (n=6) e da cerâmica feldspática:

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2}$$

P = carga em Newtons (N)  
 L = comprimento do espécime (mm)  
 b = largura do espécime (mm)  
 d = espessura do espécime (mm)

- b) Cálculo do módulo de elasticidade do cimento resinoso (n=6) e da cerâmica feldspática:

$$E_f = \frac{PL^3}{4bd^3D}$$

P = carga em Newtons (N)  
 L = comprimento do espécime (mm)  
 b = largura do espécime (mm)  
 d = espessura do espécime (mm)  
 D = deslocamento em mm (mm)

### 3.4 Confeção dos discos de cerâmica feldspática

A princípio, foi realizado um molde circular de 1,5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura com silicone fluido, de consistência regular da marca Aquasil Ultra LV regular (Dentsply- lote: 150428). Para confecção desse molde, foram colocados discos de 1,5 mm de diâmetro e 1,0 mm de espessura sobre uma fita adesiva de dupla face no comprimento da placa de vidro e, depois de aderidos a esta fita, toda a superfície da placa foi vaselinada (Fig. 6a). Então, o silicone fluido foi colocado com a ponta misturadora do sistema sobre toda a placa de vidro para, depois, ser pressionada contra outra placa de vidro (Fig. 6b). Terminada a polimerização do silicone fluido, os discos foram removidos e o molde foi retirado das mesmas placas (Fig. 6c). Enfim, cada molde do disco foi recortado e tiveram seus excessos e a sua base removida (Fig. 7a e 7b).

O isolante para cerâmica Megasep (Odontomega-USA-ref:08-102) foi aplicado com pincel no refratário em gesso Begoform<sup>®</sup>(Bego) e no molde (Fig. 7b). A mistura de pó de cerâmica VM7<sup>®</sup> Enamel (VITA) e de líquido para cerâmica VM7<sup>®</sup>Modelling (VITA) foi colocada delicadamente no molde, tendo como apoio uma mesa vibratória. A superfície preenchida do molde, então, foi nivelada com uma lâmina fina de aço para produzir discos de espessura uniforme, além de o excesso de líquido ser removido com papel absorvente (Fig. 7c).

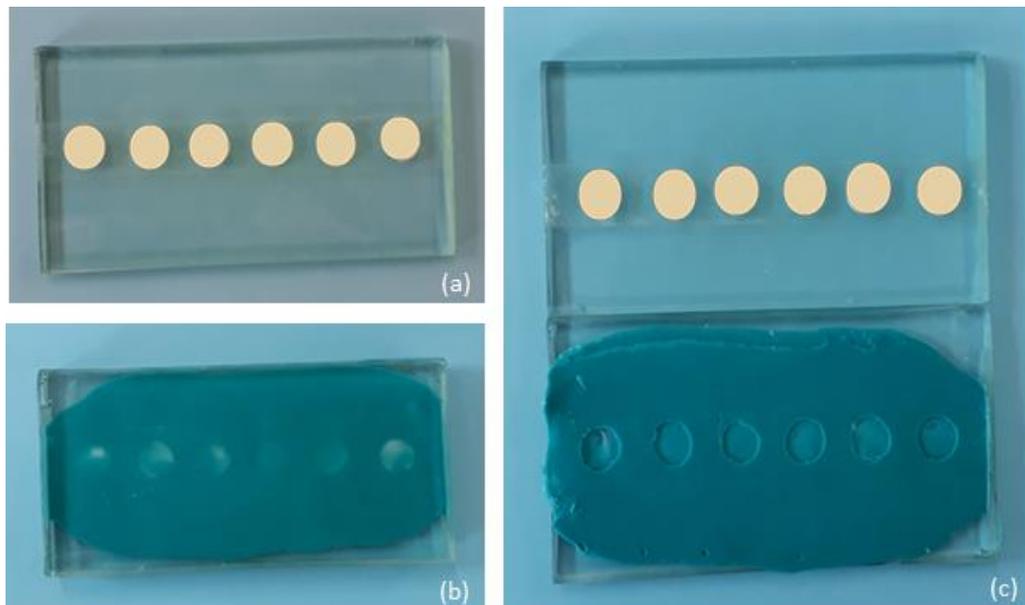
Realizada essa etapa, os discos foram removidos cuidadosamente dos moldes (Fig. 7d) e levados ao forno para cerâmica de acordo com as instruções dadas pelo fabricante. Seguidamente, foram resfriados e inspecionados visualmente,

sendo que aqueles que apresentavam defeitos como trincas ou fraturas foram descartados.

Logo, procedeu-se ao acabamento com lâmina de bisturi número 11 e polimento dos mesmos com lixa d'água nas gramaturas 400, 600 e 1200, nessa ordem, embebidas em água destilada (Fig. 7e) e, em seguida, pasta de polimento diamantada Diamond Gloss (TDV) com ponta de feltro específica do sistema TDV (Fig. 7f).

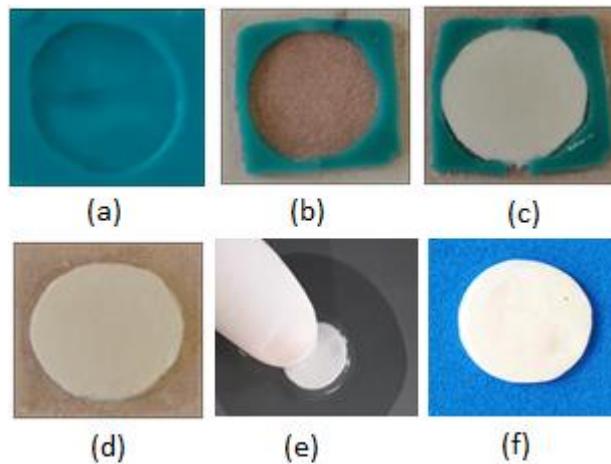
Os discos selecionados foram inspecionados visualmente e as medidas aferidas com paquímetro digital (VONDER-modelo:PD150/150mm) em cinco pontos pré-estabelecidos dos discos (Fig. 8a). Ademais, utilizou-se uma balança de alta precisão (SHIMADZU-AY200-Max 220g d:0,1mg - Japão) para a pesagem dos mesmos (Fig. 8b). Eles foram, então, armazenados em recipiente plástico fechado e à temperatura ambiente.

**Figura 6: Confeção do molde de silicone fluido - a) placa de vidro com fita dupla face aderida aos discos; b) placas de vidro interpostas com o silicone fluido de e os discos entre elas; c) remoção da placa e obtenção do molde de silicone fluido**



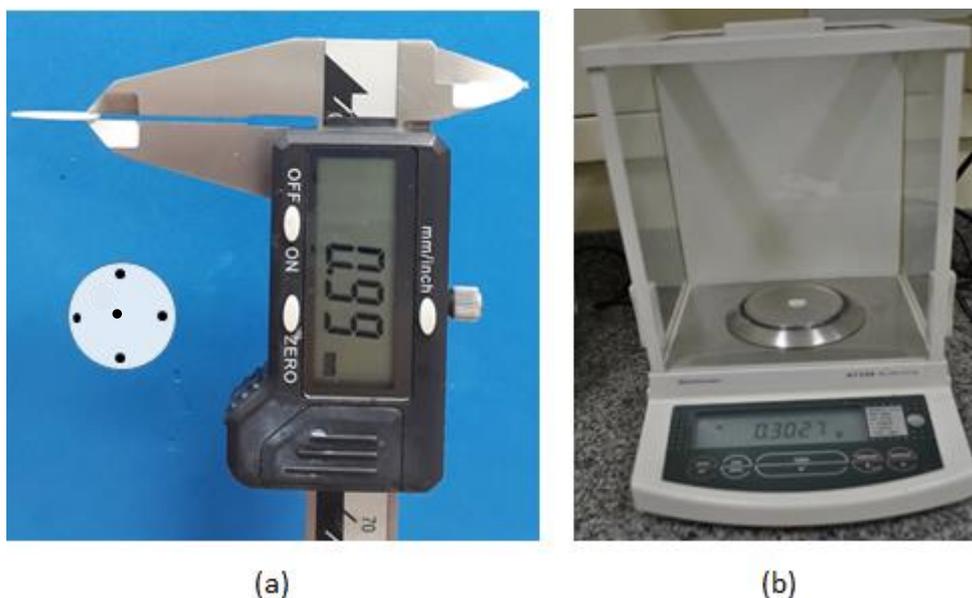
Fonte: Elaborada pela autora

**Figura 7: Confeção dos discos de cerâmica feldspática - a) molde em silicone fluido; b) molde seccionado com isolante para cerâmica após remoção dos excessos e o seu fundo; c) abertura do molde bipartido após modelação da mistura de pó e líquido de cerâmica; d) obtenção do disco para sinterização sobre gesso refratário; e) polimento do disco de cerâmica em lixa embebida de água destilada e f) disco de cerâmica para cimentação**



Fonte: Elaborada pela autora

**Figura 8: Medidas e pesos dos discos de cerâmica feldspática - a) aferição das espessuras dos discos com paquímetro digital em cinco pontos e b) aferição do peso dos discos cerâmicos em balança de alta precisão**



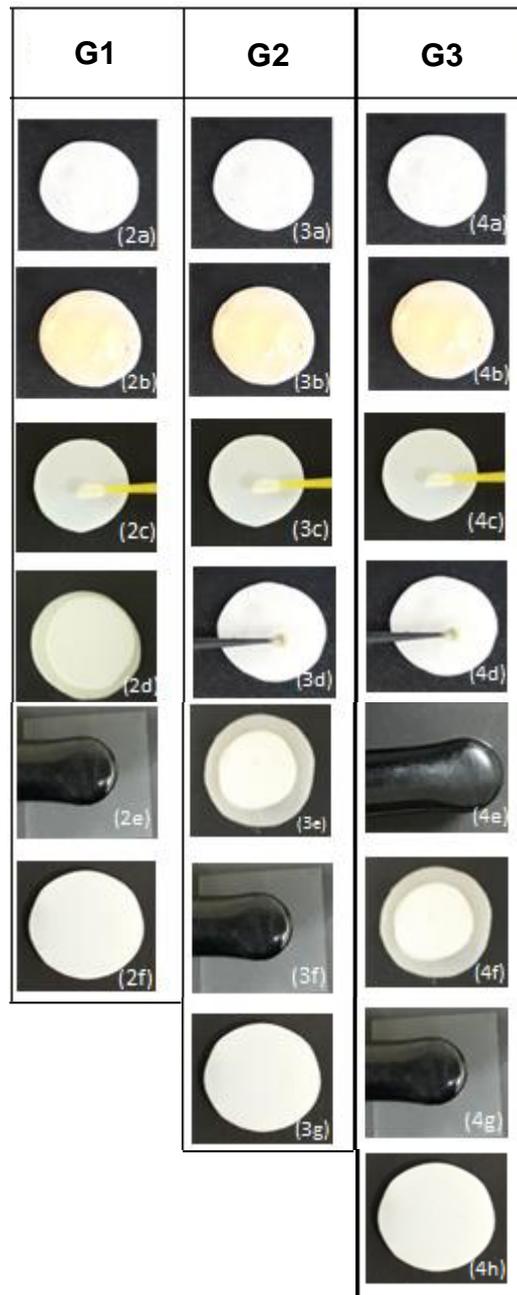
Fonte: Elaborada pela autora

### 3.5 Cimentação dos discos de cerâmica feldspática

Ante o exposto, os vinte e um discos foram divididos aleatoriamente em 3 grupos (n=7 de cada grupo) e preparados individualmente, de acordo com as seguintes condições:

- a) **G1:** Os discos cerâmicos deste grupo foram condicionados com ácido fluorídrico 10% da mesma forma que os anteriores, e aplicada duas camadas alternadas do agente de união silano RelyX™ Ceramic Primer (3M ESPE) com aplicador descartável, seguidamente de jato de ar comprimido sobre os mesmos. Depois, foi colocada uma fina camada de cimento resinoso fotopolimerizável sobre eles. Ademais, uma tira de acetato foi sobreposta ao cimento resinoso, além de uma carga de 23,23 gr sob essa tira, para que ele se espalhasse mais uniformemente sobre o disco. Removeu-se esse peso e procedeu-se a fotoativação do conjunto na porção central do disco por 20 segundos.
- b) **G2:** Foram condicionados com o ácido fluorídrico e silanizados da mesma forma que nos grupos anteriores, porém o adesivo Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE) não foi fotoativado na superfície cerâmica. O cimento resinoso fotopolimerizável RelyX™ Veneer WO (3M ESPE) foi colocado nessa superfície e coberto com uma tira de acetato e prosseguiu-se com os mesmos procedimentos dos discos anteriores;
- c) **G3:** Os espécimes desse grupo foram preparados condicionando-os com o ácido fluorídrico 10% e silanização da mesma forma que os anteriores, diferenciando-se pela fotoativação do adesivo na superfície cerâmica antes da colocação do cimento resinoso e da tira de acetato.

**Figura 9: Fluxograma da cimentação dos discos cerâmicos**



Legenda: 2a, 3a e 4a (disco de cerâmica puro); 2b, 3b e 4b (disco de cerâmica+ ácido fluorídrico 10%, por 2 minutos); 2c, 3c e 4c (02 camadas de silano); 3d: adesivo não fotopolimerizado; 4d:adesivo fotopolimerizado; 2d, 3e e 4f (tira de acetato sobre cimento e disco); 2e, 3f e 4g fotopolimerização do conjunto; 2f, 3g e 4h (disco cimentado)

**Fonte: Elaborada pela autora**

Os módulos de elasticidade da porcelana ( $E_1^*$ ) e do cimento resinoso ( $E_2^*$ ) sob as diferentes condições foram calculados em função de seus respectivos coeficientes de Poisson  $\nu_1$  e  $\nu_2$ , que representam a razão constante da deformação lateral e longitudinal na faixa de elasticidade do material resinoso e da cerâmica. Os valores do coeficiente de Poisson da cerâmica (0,25) foi de acordo com Zeng, Odén e Rowcliffe (1996) e Spazzin et al. (2017) e do cimento resinoso (0,27) conforme De Jager, Pallav e Feilzer (2004) e Spazzin et al. (2017).

### 3.6 Cálculo do módulo de elasticidade da porcelana e do cimento resinoso, respectivamente, em função do coeficiente de Poisson respectivamente

$$E_1^* = \frac{E_1}{1 - \nu_1^2} \qquad E_2^* = \frac{E_2}{1 - \nu_2^2}$$

a) Cálculo de tensão biaxial da cerâmica do grupo controle:

$$\sigma_{bf} = \frac{3P(1 + \nu)}{4\pi t^2} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1 - \nu}{1 + \nu} \left[ 1 - \frac{b^2}{2a^2} \right] \frac{a}{R^2} \right]$$

P = carga (N)  
 v = coeficiente de Poisson da cerâmica  
 t = espessura da cerâmica (mm)  
 a = diâmetro do suporte metálico (mm)  
 b = diâmetro da haste metálica (mm)  
 R = raio da cerâmica (mm)

b) Cálculo do plano neutro das cerâmicas cimentadas:

$$tn = \frac{E_1^*(t_1)^2 - E_2^*(t_2)^2}{2(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)}$$

$T_1$  = espessura da cerâmica (mm)

$T_2$  = espessura do agente de cimentação (mm)

### 3.7 Cálculo da resistência biaxial (Teste de Piston-on-ring)

O cálculo da tensão biaxial considerando o conjunto cerâmica/cimento resinoso foi realizado pelo teste Piston-on-ring, que tem sido utilizado para medir a força biaxial de materiais frágeis. Consiste em uma máquina de ensaio mecânico com uma haste metálica arredondada na sua extremidade que foi colocada no centro dos discos cimentados e apoiados a uma plataforma de aço (Fig. 11a).

O cálculo da tensão biaxial da cerâmica cimentada foi realizado nas posições de acordo com as equações abaixo (HSUEH; LANCE; FERBER, 2005), sendo a força em posição z-axial central de  $z=0$ , a posição  $t=0$  foi da região da interface cerâmica/cimento resinoso e da posição da ponta do dispositivo ao cimento resinoso de  $z=-t_2$

$$\sigma_{bf} = \frac{-3P(1+\nu)(z-t_0)}{2\pi(t_1+t_2)^3} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \frac{a^2}{R^2} \right]$$

$$X$$

$$\left[ \frac{E_2^*(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)(t_1+t_2)^3}{[(E_1^*t_1^2)^2 + (E_2^*t_2^2)^2 + 2E_1^*E_2^*t_1t_2(2t_1^2 + 2t_2^2 + 3t_1t_2)]} \right]$$

$$z=-t_2$$

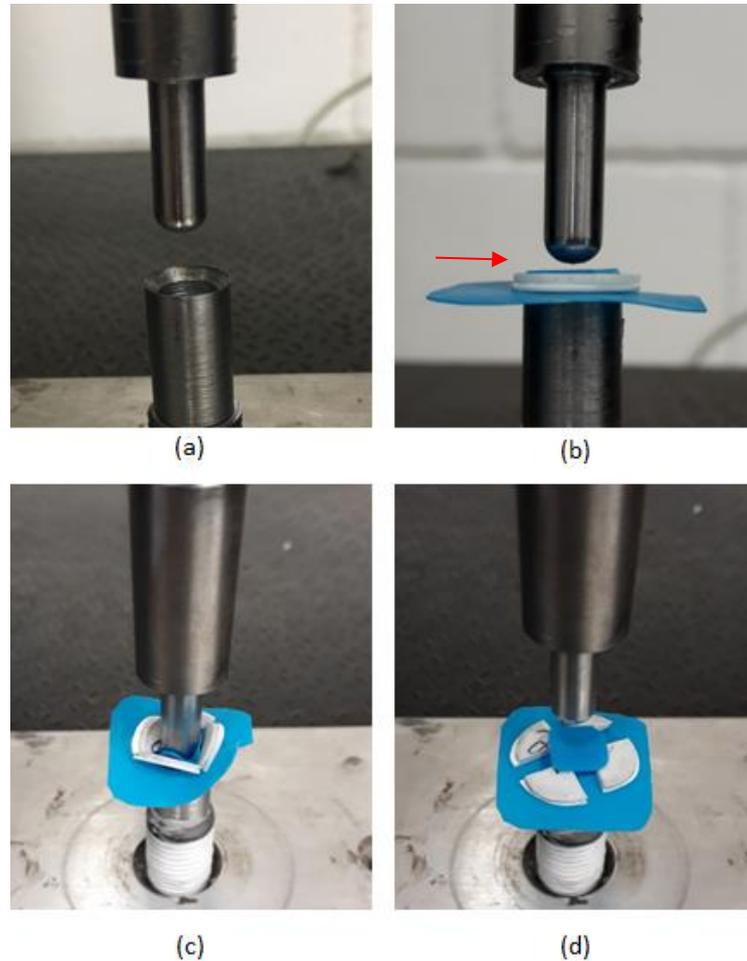
$$\sigma_{bf} = \frac{-3P(1+\nu)(z-t_0)}{2\pi(t_1+t_2)^3} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \frac{a^2}{R^2} \right]$$

$$X$$

$$\left[ \frac{E_2^*(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)(t_1+t_2)^3}{[(E_1^*t_1^2)^2 + (E_2^*t_2^2)^2 + 2E_1^*E_2^*t_1t_2(2t_1^2 + 2t_2^2 + 3t_1t_2)]} \right]$$

Para a realização do teste Piston-on-ring foi colocado abaixo e acima de cada espécime um lençol de borracha para amortecimento durante o ensaio mecânico (Fig. 11b). Para tanto, procedeu-se ao teste sob velocidade de 0,5 mm/s e carga de 50N até à fratura do mesmo (Fig. 11c e 11d).

**Figura 10: Teste de ensaio mecânico da resistência biaxial - a) dispositivo em posição; b) disco de cerâmica em posição no dispositivo de ensaio mecânico com lençol de borracha abaixo e acima do mesmo; c e d) disco fraturado após finalização do teste**



Fonte: Elaborada pela autora

### 3.8 Análise estatística

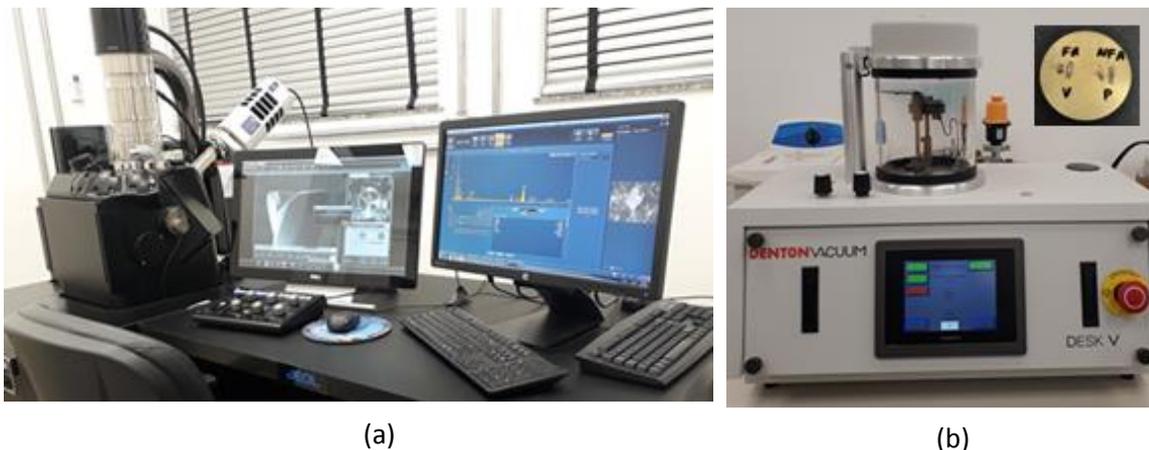
Os resultados foram avaliados quanto à normalidade para, posteriormente, serem submetidos a avaliações paramétricas e não-paramétricas. Assim, os resultados do presente estudo foram submetidos ao teste estatístico de Kruskal - Wallis com nível de significância 95%, uma vez que este teste é não paramétrico e utilizado para comparar três ou mais populações.

### 3.9 Análise das imagens do MEV e EDS

A avaliação morfológica da união cerâmica/material adesivo foi realizada por meio do MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura- JEOL – modelo IT300- Japão) (Fig. 12a) em modo de leitura de elétrons secundários, usando o EDS (espectroscopia por dispersão de energia) pelo Software: AZtec (OXFORD/USA), comumente utilizado para avaliação da composição química dos materiais.

Para esse procedimento os espécimes avaliados foram metalizados em ouro (Fig. 12b), para posterior análise dos mesmos.

**Figura 11: Obtenção das imagens no MEV - a) Imagens MEV e leitura em EDS; b) metalização em ouro dos espécimes**



Fonte: Elaborado pela autora

#### 4 ARTIGO

A proposta de artigo de acordo com o tema da pesquisa será enviada para publicação na revista Dental Materials com o título:

**Effect of different cementation techniques on the biaxial strength of ceramic laminates bonded to a photopolymerizable resin cement**

A realização do artigo seguiu as normas da revista **Dental Materials (Qualis A1)**, disponíveis no site para apreciação: <https://www.elsevier.com/journals/dental-materials/0109-5641/guide-for-authors>.

**Effect of different cementation techniques on the biaxial strength of ceramic laminates bonded to a photopolymerizable resin cement**

Riviane Alessandra Amaral da Cunha<sup>a</sup>, Pedro Américo Almeida Magalhães<sup>b</sup>, Rafael Ratto de Moraes<sup>c</sup>, Alberto Nogueira da Gama Antunes<sup>a</sup>, Paulo Isaías Seraidarian<sup>a</sup>, Guilherme Senna Figueiredo Azevedo<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Department of Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

<sup>b</sup> Department of Mechanical Engineering, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

<sup>c</sup> Department of Dentistry, Federal University of Pelotas, Pelotas, Rio Grande do Sul, Brazil.

Correspondence to: Alberto Nogueira da Gama Antunes. Avenida Dom José Gaspar, 500, Coração Eucarístico, Belo Horizonte - MG, CEP 30535-901, Prédio 46, Telephone +55 31 3319-4242. E-mail: antunes1978@gmail.com

## ABSTRACT

*Objectives:* To evaluate the biaxial tension of ceramic dental laminates of 1 mm thickness cemented with photopolymerizable resin cement with and without previous photoactivation of adhesive in the feldspathic ceramic.

*Methods:* Twenty-one 1 mm thick feldspar VM7® Enamel (VITA) ceramic discs were randomly divided into three groups (n = 7): G1: ceramic discs conditioned with 10% hydrofluoric acid for two minutes and application of 2 RelyXTM Ceramic Primer silane (3M ESPE) and resin cement; G2: ceramic discs conditioned with 10% hydrofluoric acid for two minutes, application of two layers of silane and one layer of adhesive AdperTM Single Bond 2 (3M ESPE), without previous photoactivation on the ceramic surface, and resinous cement; G3: ceramic discs conditioned with 10% hydrofluoric acid for two minutes, application of two layers of silane, one layer of adhesive previously photoactivated and resin cement. The cemented discs were submitted to the biaxial strength test (piston-on-ring test). Images of the cemented specimens were evaluated by MEV (scanning electron microscopy) in the reading mode of secondary electrons using EDS (energy dispersion spectroscopy), while the statistical analysis was based on the Kruskal-Wallis test with significance level of 95%.

*Results:* The values of flexural strength and the modulus of elasticity of resin cement and feldspathic ceramics at t = 0 indicate that there were no significant statistical differences. Only at z = -t2 was there a statistical difference, since G1 reached the highest values of biaxial resistance.

*Significance:* Not using adhesive in the cementation of ceramic dental laminate presented better mechanical performance.

**Keywords:** Ceramic veneers. Clinical protocol. Longevity. Testing materials.

## 1 Introduction

Ceramic laminates, or ceramic veneers, are indirect restorations that replace missing structures or modify dental anatomical structures [1,2], which seek minimal wear of these structures or even occur from interventions that do not require dental wear [3].

Considering that adhesive cementation is the critical stage of prosthetic rehabilitation [4], it is essential to keep in mind that to achieve this unique structure and provide greater strength, the adhesive cementation of ceramic materials to the dental substrate must occur through use of a resinous cement, since it facilitates the increase of fracture resistance

As with resin cement, the adhesive has the same ability to penetrate irregularities created by ceramic conditioners such as hydrofluoric acid and, therefore, also potentiate the bond strength between the resin cement and the feldspathic ceramic [5]. In this scenario, wetting, viscosity and topography of the surface are fundamental for the adhesive to come into intimate contact with the substrate [6], even if there is or is not variability of photoactivation of the same on the dental or ceramic substrate.

According to Fleming et al. [7], the magnitude of strengthening dental laminates with resin cement is related not only to their thickness but also to their modulus of elasticity, which interferes with the distribution of stresses during mastication [8]. The latter is a mechanical parameter related to the elastic deformation resistance or rigidity of the material.

A meritorious aspect of resin cements is that their physico-mechanical properties are responsible for transmission of masticatory forces to dental tissues after cementation of the ceramics, which are very friable before such procedure

[9,10]. Therefore, these cements must be inserted evenly and in such a way that there is an intermediate modulus of elasticity between the substrate (enamel: 87,66 GPa and dentin: 25,57 GPa approximately) and the ceramic. Doing so will determine this cement's ability to withstand plastic deformation, transferring the tensions to the dental structures [11].

Considering the modulus of elasticity and flexural strength, in the case of the cementing agent, it is important to be aware of its values to make the best choice for its safe use, thus avoiding fractures and deformations of the materials [12]. These deformations can be exemplified by the marginal gaps of the cements [13].

To determine the relationship between the physical and mechanical properties of the materials with the type of adhesive cementation protocol in ceramic dental laminates, the present work sought to verify the relation of the value of these properties to the longevity of these dental laminates to emphasize the importance of the cementation protocol in the biaxial strength of ceramic dental laminates.

## **2 Material and methods**

### **2.1 Flexural strength and modulus of elasticity of the photopolymerizable resin cement and the feldspathic ceramic and biaxial strength**

Initially, the flexural strength and modulus of elasticity of the photopolymerizable resin cement and the feldspathic ceramic (Table 1) were tested in a three-point flexural strength test. The biaxial strength of the cemented discs was determined using the piston-on-ring method. From the results, along with the measured measures were obtained their values. The interface images were evaluated by MEV (scanning electron microscope JEOL Model IT300, Japan) and

evaluation of the chemical composition of EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) images using AZtec software (Oxford Instruments, USA).

## **2.2 Preparation of the photopolymerizable resin cement specimens**

Eighteen specimens of RelyX™ Veneer light curing resin cement (3M ESPE) were made in a medium-stiffness rubber mold (Odeme Dental Research, Santa Catarina, Brazil) in dimensions 12 mm x 2 mm x 2 mm. For the first group (n: 6) the resin cement was placed in the matrix and on it a polyester strip and a feldspathic ceramic disc of 1 mm thickness on the strip. The second group (n: 6) proceeded in the same way as before, however, a layer of adhesive bonding adhesive Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE) was passed on the polyester strip, which was in contact with the resin cement. In the third group (n: 6) it was initially done in the same way as in the previous ones, but the adhesive was previously photoactivated in a polyester strip for 30 seconds before being inserted on the resin cement in the rubber mold. The finishing was done with a scalpel blade number 11 and a 600-gram sandpaper (Norton). The measurements were taken with a digital caliper (Vonder model PD 150/150 mm). In addition, they were stored in Eppendorf tubes at room temperature 24 hours before the three-point mechanical test was performed.

## **2.3 Preparation of feldspar ceramics specimens**

In this step, six ceramic specimens with dimensions 12 mm x 2 mm x 2 mm were obtained from a bipartite silicone mold. VITA VM®7 (VITA) feldspar ceramic powder mixture and VITA VM® Modelling ML (VITA) liquid were placed in the mold using a table stand. The surface of the mold, after its complete filling, was leveled

with a thin steel blade so it was uniform. Then, the specimens were taken for sintering in a ceramic kiln, following the manufacturer's instructions.

The finishing was done with the aid of a number 11 scalpel blade and polishing was done with sands of weights 400, 600 and 1200, in that order, soaked in distilled water. Finally, the measurements were taken with a digital caliper (Vonder model PD 150/150 mm).

#### **2.4 Test of flexural strength and modulus of elasticity of resin cement and feldspathic ceramics**

The specimens were individually centered in the mechanical test device, and the flexural strength tests were performed on a three-point mechanical test machine (INSTRON/EMIC 5 kN, Paraná, Brazil) at a speed of 0.5 mm/s and force of 50N. The same equations are used to calculate the values for the two materials. Once the force of rupture was obtained, the modulus of elasticity and the flexural strength of each specimen were calculated together with the measurements according to the following equations, respectively:

$$E_f = \frac{PL^3}{4bd^3D}$$

In this scenario,  $E_f$  is the modulus of elasticity,  $P$  is the load (N),  $L$  specimen length (mm),  $b$  specimen width, specimen thickness, and  $D$  is displacement in mm.

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2}$$

Also,  $\sigma_f$  is flexural strength, P is the load (N), L the length of the specimen (mm), b is the width of the specimen (mm), and d is the thickness of the specimen (mm).

## 2.5 Preparation of feldspar ceramic discs

Twenty-one feldspar ceramic disks were made in silicone split bipartite matrix in dimensions 12 mm x 2 mm x 2 mm. For this purpose, VITA VM®7 ceramic powder mixture (VITA) and VITA VM® Modelling liquid (VITA) in quantities indicated by the manufacturer were placed in the mold and then shaken on a vibratory table. Excess liquid was removed with absorbent paper, and the surface of the mold leveled with a blade to become uniform. The mold was then removed, and the ceramic was kiln-fired, using the manufacturer's instructions.

The disks were visually inspected and finished with a thin scalpel blade number 11 and sheets of weights 400, 600 and 1200, in that order, soaked in distilled water.

Afterwards, measurements were assessed with a digital caliper (Vonder model PD 150/150 mm) and the heavy disks in a high-precision scale (SHIMADZU-AY200-Max 220 g d: 0.1 mg-Japan).

## 2.6 Cementation of ceramic discs

At this stage, the discs were randomly divided into three groups (n = 7) and cemented according to the following conditions (Table 2):

All discs were conditioned with 10% hydrofluoric acid (Dentsply) for two minutes, then washed and dried with compressed air. Photoactivation of adhesive and resin cement was performed using the VALO® (Ultradent, USA) 1000 mW/cm<sup>2</sup>

of power, in standard polymerization mode, in the central region of each specimen for 20 seconds.

After conditioning with 10% hydrofluoric acid and silanization, a thin layer of resin cement was applied to the specimens of Group 1. An acetate strip was added thereto, and on top of this a 23, 23 g weight in the center of the disk so the resin cement spread more evenly on the ceramic surface. This weight was removed and photoactivated for 20 seconds in the central region of the prepared disc.

Procedures for the G2 specimens were the same, up to a certain stage, since the adhesive applied to the acetate strip in contact with the resin cement was not photoactivated previously. For the G3 specimens, the adhesive was photoactivated previously on an acetate strip before being applied to the resin cement (Table 1).

In all cases, the specimens were weighed using a high-precision scale (SHIMADZU-AY200-Max 220 gd: 0.1 mg, Japan) and stored at room temperature in distilled water in Eppendorf tubes for 24 hours until the biaxial test.

## **2.7 Biaxial test**

The biaxial test was performed using a mechanical testing machine (model EMIC 5 Kn, Paraná, Brazil) with the piston-on-ring method. For this, each specimen was placed with the smooth surface upwards, centered, and subjected to the load of 50N at the speed of 0.5 mm/s.

The modulus of elasticity of the ceramic and resin cement was calculated as a function of the Poisson coefficient, following the equations below. However, the values of the Poisson coefficient of the ceramic (0.25) were defined according to the parameters indicated by Zeng et al. [14] and Spazzin et al. [15]. With the resin

cement (0.27), the definitions occurred as described by Spazzin et al. [15] and De Jager et al. [16]:

$$E_1^* = \frac{E_1}{1 - \nu_1^2} \qquad E_2^* = \frac{E_2}{1 - \nu_2^2}$$

For the analysis, it was determined that  $E_1^*$  and  $E_2^*$  refer to the modulus of elasticity as a function of Poisson's coefficient. Further,  $E_1$  and  $E_2$  indicate the modulus of elasticity, while  $\nu_1$  and  $\nu_2$  indicate the Poisson coefficients.

The neutral plane was calculated as a function of the thickness of the ceramic, the resin cementing agent, the modulus of elasticity as a function of the Poisson coefficient of the ceramic, and the resin cement according to the equation below:

$$tn = \frac{E_1^*(t_1)^2 - E_2^*(t_2)^2}{2(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)}$$

The marker  $t_1$  is related to the thickness of the ceramic and  $t_2$  to the thickness of the resinous cementitious sheet.

On the other hand, the calculation of biaxial tension of the ceramics of the control group was carried out according to the following equation, in which  $P$  is the load (N),  $\nu$  is the Poisson coefficient of the ceramics,  $t$  is the thickness of the ceramics (mm), diameter of the metal support (mm),  $b$  is the diameter of the metal rod (mm), and  $R$  is the radius of the ceramic (mm):

$$\sigma_{bf} = \frac{3P(1 + \nu)}{4\pi t^2} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1 - \nu}{1 + \nu} \left[ 1 - \frac{b^2}{2a^2} \right] \frac{a}{R^2} \right]$$

Thus, the biaxial stress of the specimens was calculated according to the central z-axial position, where the position  $t = 0$  was of the ceramic/resin cement interface and the position of the tip of the device to the resin cement of  $z = -t_2$ , as can be seen in the following equations, respectively [17]:

$$\begin{aligned}
 & t=0 \\
 \sigma_{bf} &= \frac{-3P(1+\nu)(z-tn)}{2\pi(t_1+t_2)^3} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \frac{a^2}{R^2} \right] \\
 & X \\
 & \left[ \frac{E_2^*(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)(t_1+t_2)^3}{[(E_1^*t_1^2)^2 + (E_2^*t_2^2)^2 + 2E_1^*E_2^*t_1t_2(2t_1^2 + 2t_2^2 + 3t_1t_2)]} \right] \\
 & z = -t_2 \\
 \sigma_{bf} &= \frac{-3P(1+\nu)(z-tn)}{2\pi(t_1+t_2)^3} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \frac{a^2}{R^2} \right] \\
 & X \\
 & \left[ \frac{E_2^*(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)(t_1+t_2)^3}{[(E_1^*t_1^2)^2 + (E_2^*t_2^2)^2 + 2E_1^*E_2^*t_1t_2(2t_1^2 + 2t_2^2 + 3t_1t_2)]} \right]
 \end{aligned}$$

## 2.8 Statistical analysis

The results were analyzed for normality; then they were submitted to parametric and non-parametric evaluations. Thus, the data of the present study were submitted to the Kruskal-Wallis statistical test, with a significance level of 95%, since this test is non-parametric and used to compare three or more populations.

### 3 Results

The present study evaluated the flexural strength and modulus of elasticity of the pure resin cement and with the photoactivated adhesive. The difference of the means of flexural strength and modulus of elasticity between the groups was not statistically significant, as shown in Table 3.

The mean values of biaxial stress in zone  $t = 0$  did not present statistical differences between the three groups. However, at  $z = -t2$ , results were different between groups, and the highest values of standard deviation occurred in the pure cement group (Table 4).

In relation to the thickness of the cement, the mean values between the groups of pure cement and cement + photoactivated adhesive did not present statistically significant differences. Nevertheless, it was not presented for the group of pure cement and non-photoactivated adhesive, in which the average was superior to them, as shown in Table 5.

#### 3.1 Analysis of SEM images and reading in EDS

The images obtained by SEM and EDS reading (20.0 KV / x1000 / 10 $\mu$ m) showed the chemical composition of the materials in a standardized region close to the cement/ceramic cement interface and in the region below the formed interface. Common and different chemical elements were detected in all samples. Carbon (C), silicon (Si) and oxygen (O). However, zirconium (Zr), titanium (Ti), aluminum (Al), sodium (Na), potassium (K) and calcium (Ca) were found according to the conditions of each group, i.e. according to the chemical composition of certain materials used and region (Figures 1, 2 and 3).

## 4 Discussion

Considering the importance of determining the relationship between the physical and mechanical properties of the materials, as well as the type of adhesive cementation protocol in ceramic laminates, the present study verified the relation of the value of these properties with reinforcement offered by cementation with the feldspathic ceramic VITA VM7® (VITA). From this perspective, when dealing with the durability of ceramic bonding/restorative materials, procedures that produce both mechanical and chemical retention are important as factors that determine better values of bond strength between such parts [18].

With the purpose of effecting the interaction between resin cement, dental substrate and ceramic restoration, the adhesive system enables the cementation of these ceramic restorations [19]. As with resinous cement, the adhesive can penetrate the irregularities created by hydrofluoric acid etching, and thus increase the bond strength between the resin cement and the feldspathic ceramic [5].

There is variability of use of the adhesive as to its photoactivation or not. Results of the developed research demonstrated an increase in the thickness of the ceramic disc set and adhesive previously photoactivated in feldspathic ceramics in the tests carried out. Studies of this variation in dentin reported the probability of non-settlement of the indirect restorations if the adhesive was photoactivated before insertion of the cementing agent, which allows the formation of a larger-than-desired film thickness. According to Pashley et al. [19], this procedure increases the thickness of the resin cement between the enamel margin and the indirect ceramic restoration.

However, according to Alghazali et al. [20], if the adhesive is applied and photoactivated together with the indirect restoration, adhesion failures may occur. In

this case, the authors suggest photoactivation of the adhesive before the dental facet is placed, so that its adaptation is satisfactory. However, the applied adhesive layer should be thin so the process is carried out satisfactorily.

The adhesive bonded to dentin with adhesive cementation of indirect ceramic restorations presented greater bond strength when compared to its non-photoactivated counterpart [21]. In this scenario, Zahra et al. [22] reported that when using dual resin cement for cementation of indirect restorations, it is advisable to photoactivate the adhesive on dental substrate, since the thicknesses of resin cement and adhesive may be affected.

Other authors suggest non-photoactivation of the adhesive before the placement of the cementing agent; in their opinions, this strategy allows better adaptation of the indirect restoration [19]. In this case, the adhesive is not photoactivated in dentin before the insertion of the resin cement, and it is not possible to distinguish the adhesive layer from the cementitious agent layer when analyzed in SEM (scanning electron microscopy).

Images obtained from the present study showed a distinct layer of the adhesive just below the ceramic in the group that had previous photoactivation. A difference in morphology and surface texture is therefore noted. This agrees with the findings of Coelho et al. [23] regarding photoactivation of the adhesive in dentin. A greater film thickness of 5.7 to 14.8  $\mu\text{m}$  was observed, being variable along the edge of the indirect restoration.

According to the results presented by the present study, the biaxial flexural strength where the adhesive was absent presented a higher average than did the other groups, considering that all groups were stored for 24 hours in distilled water before the biaxial flexural strength test. Therefore, it was verified that with feldspathic

ceramics conditioned with 10% silanized hydrofluoric acid, with application of adhesive and resin cement, there was an increase of bond strength between the resin and ceramic cement in the presence of the adhesive in a mechanical test of three points, as also observed Spohr et al. [24]. This may have occurred because the mechanical test was the same for the two studies, in addition to the feldspathic ceramics conditioned and silanized for both studies. For Passos et al. [25] however, feldspathic ceramics (120 x 5 para C to 55π C) and stored in water (50 days) when compared to the control group.

According to Fleming et al. [7] and Spazzin et al. [15] the magnitude of the strengthening of dental laminates with resin cement is related not only to their thickness but also to their modulus of elasticity. The thickness of the cementitious agent, however, may alter the behavior of indirect restorations.

Considering that there is an association of the increase of the modulus of elasticity to values of the fine thickness of resin cement [16,26], according to the results obtained in relation to the average thickness of cement, the value of pure cement (0.33) was the lowest mean in our study. There was a lower mean modulus of elasticity, although there was no significant statistical difference between the groups. However, according to and De Jager et al. [16] and Sabbagh et al. [26], the lower thickness of cement film may increase its modulus of elasticity, a mechanical parameter related to the elastic deformation resistance or rigidity of the material. In this regard, Addison et al. [27] reported increased modulus of elasticity, bending strength of resin cements and biaxial flexural strength of feldspathic ceramics after cementation. One explanation for this is that cementitious ceramics with resin cement have an increase in strength, a fact related to the modulus of elasticity of this cement

[27]. In this case, the apparent increase of the modulus of elasticity of resin cement can be observed in its finer thickness [16].

Due to the excellence of resin cements, as exemplified by their relevant physicommechanical properties, they are responsible for transmitting masticatory forces to the dental tissues after cementation of the ceramics, being very friable before such procedure [9,10]. Thus, it is important that the resin cement has an intermediate modulus of elasticity between the substrate (enamel: 87.66 GPa and dentin: 25.57 GPa approximately) and the ceramic, as this will determine the cement's ability to resist this plastic deformation, transferring the stresses to the dental structures [11].

The values obtained in the research concerning the modulus of elasticity and flexural strength did not show statistically significant differences between the groups of pure and adhesive cement, whether photopolymerized or not. Comparing the elastic modulus values of the dental structures in relation to the results obtained from resinous and adhesive cement (photoactivated or not), the results were not considered to intermediate between the reference values of the dental structures and ceramic. As can be seen, this was due to differences in methodology for determining the flexural strength and modulus of elasticity.

In relation to the biaxial stress at  $z = -t_2$ , the region corresponding to the resin cement layer facing the ring, it presented a higher average for the pure cement. Most likely, the adhesive layer may not have appeared uniform in this region, which may have caused premature failure in the early times the load was applied, resulting in reduced biaxial tensile strength values.

Comparatively, the groups that presented the adhesive (Figures 3a, 3b, 4a and 4b) had a higher carbon reading than the group in which there was no adhesive

(Figures 1a, 1b, 2a and 2b). This finding indicates, possibly, more organic content just below the ceramic, which can result in a region that shows a greater tendency toward deformation in the first instants of the flexural strength test. This situation can generate small cracks in the cement and adhesive set, which resulted in statistically different values of biaxial tensile strength.

It is worth emphasizing the difficulty of discussing the results because the methodology in the dental field is new and little applied. In addition to possible in vivo studies are performed to complement the results of the present study.

## **5 Conclusions**

Among the limitations of the present study, the presence of adhesive in contact with the resin cement did not promote an increase in reinforcement to the 1mm thick ceramic laminate. Photopolymerization, or not, of the adhesive in contact with the resin cement did not significantly interfere with the biaxial tension of the dental laminates at the base of the feldspathic ceramic. Similarly, in the flexural strength test and the modulus of elasticity of resin cement in contact with the adhesive, photopolymerized, or not, there was no statistically significant difference between the groups. The thickness of resin cement with lower average values was for the group that did not have an adhesive layer, and by the EDS analysis, a higher Zr and Si content was verified in the regions below the cement/ceramic bonding area.

## References

- [1] Morita RK, Hayashida MF, Pupo YM, Berger G, Reggiani RD, Betiol EAG. Minimally invasive laminate veneers: clinical aspects in treatment planning and cementation procedures. *Case Rep Dent*. 2016 Nov;2016:1-13.
- [2] Freire A, Archegas LR. Porcelain laminate veneer on a highly discoloured tooth: a case report. *J Can Dent Assoc*. 2010;76:a126.
- [3] Alavi AA., Behroozi Z, Nik Eghbal F. The Shear Bond Strength of Porcelain Laminate to Prepared and Unprepared Anterior Teeth. *J Dent Shiraz Univ Med Sci*. 2017 Mar;18(1):50-5.
- [4] Hamlett K. The art of veneer cementation. *Alpha Omegan*. 2009 Dec;102(4):128-32.
- [5] Spohr AM, Dadt BG, Johann EB, Gehardt MN, Lourenci RN. Influence of adhesive application on the bond strength between feldspathic ceramic and resin cements. *Br J Appl Sci Technol*. 2016;15(6):1-6.
- [6] Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e11-6.
- [7] Fleming GJP, Hooi P, Addison O. The influence of resin flexural modulus on the magnitude of ceramic strengthening. *Dent Mater*. 2012;28:769-76.
- [8] Kamposiora P, Papavasiliou G, Bayne SC, Felton DA. Finite element analysis estimates of cement microfracture under complete veneer crowns. *J Prosthet Dent*. 1994 May;71(5):435-41.
- [9] Mesaros AJ, Evans DB, Schwartz RS. Influence of a dent in bonding agent on the fracture load of Dicor. *Am J Dent*. 1994 Jun;7(3):137-40.
- [10] Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent*. 2008 Aug;10(4):251-8.

- [11] Li ZC, White SN. Mechanical properties of dental luting cements. *J Prosthet Dent.* 1999 May;81(5):597-609.
- [12] Saskalauskaite E, Tam LE, McComb D. Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements. *J Prosthodont.* 2008 Jun;17(4):262-8.
- [13] Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent.* 2003 Feb;89(2):127-34.
- [14] Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 1996 Sep-Oct;9(5):434-9.
- [15] Spazzin AO, Bacchi A, Alessandretti R, Santos MB, Basso GR, Griggs J, et al. Ceramic strengthening by tuning the elastic moduli of resin-based luting agents. *Dent Mater.* 2017 Mar;33(3):358-66.
- [16] De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. The apparent increase of the Young's modulus in thin cement layers. *Dent Mater.* 2004 Jun;20(5):457-62.
- [17] Spazzin AO, Guarda GB, Oliveira-Ogliari A, Leal FB, Correr-Sobrinho L, Moraes RR. Strengthening of porcelain provided by resin cements and flowable composites. *Oper Dent.* 2016 Mar-Apr;41(2):179-88.
- [18] Della Bona A, Borba M, Benetti P, Mores RT, Pecho OE, Alessandretti R, et al. Adhesion to dental ceramics. *Curr Oral Health Rep.* 2014 Sep;1:232-38.
- [19] Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):1-16.
- [20] Alghazali N, Laukner J, Burnside G, Jarad FD, Smith PW, Preston AJ. An investigation into the effect of try-in pastes, uncured and cured resin cements on the overall color of ceramic veneer restorations: an in vitro study. *J Dent.* 2010;38 Suppl 2:e78-86.

- [21] Lührs AK, Pongprueksa P, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B. Curing mode effects bond strength of adhesively luted composite CAD/CAM restorations to dentin. *Dent Mater.* 2014 Mar;30(3):281-91.
- [22] Zahra VN, Abate PF, Macchi RL. Film thickness of resin cements used with adhesive systems. *Acta Odontol Latinoam.* 2008;21(1):29-33.
- [23] Coelho Santos MJ, Navarro MF, Tam L, McComb D. The effect of dentin adhesive and cure mode on film thickness and microtensile bond strength to dentin in indirect restorations. *Oper Dent.* 2005 Jan-Feb;30(1):50-7.
- [24] Spohr AM, Dadt BG, Johann EB, Gehardt MN, Lourenci RN. Influence of adhesive application on the bond strength between feldspathic ceramic and resin cements. *Br J Appl Sci Technol.* 2016;15(6):1-6.
- [25] Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic ceramic? *J Adhes Dent.* 2008 Dec;10(6):455-60.
- [26] Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin based materials. *Dent Mater.* 2002 Jan;18(1):64-71.
- [27] Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. Resin elasticity and the strengthening of all-ceramic restorations. *J Dent Res.* 2007 Jun;86(6):519-23.
- [28] Vita. VITAVM®7 Fine structure ceramics for all-metal ceramic materials with a CET between 7.2 and 7.8. 2018. Available at: <<https://www.vita-zahnfabrik.com/en/Material-of-recubrimiento/Ceramica-integral/VITAVM7-30466,27568.html>>. Accessed on: 8 Jan. 2018.
- [29] 3M-Espe. 3M science. Applied to life. 3M Oral care. 2007. Available at: <[https://www.3m.com.br/3M/pt\\_BR/odontologia/](https://www.3m.com.br/3M/pt_BR/odontologia/)>. Access in: 2 jan. 2018.

## Tables

**Table 1. Specimen preparation and cementing materials**

Material	Lot	Brand	Chemical composition
VITA VM®7 feldspar ceramic (powder and liquid)	45360 44690 66470	VITA	Powder: SiO <sub>2</sub> (62-65%), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (14-15%) Na <sub>2</sub> O (4-5%), K <sub>2</sub> O (7-8%), CAO (1-2%), ZrO <sub>2</sub> and B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6-7%)
Porcelain conditioner (10% hydrofluoric acid)	332939J	Dentsply	Liquid: distilled water, SrCl <sub>2</sub> , ZnCl <sub>2</sub> , Butanediol, glycerin, sodium benzoate, HCl, Hydrofluoric acid, water, thickener and dye
Silano RelyX™ ceramic primer	N878550	3M-ESPE	Ethyl alcohol, water and 3-trimethoxysilylpropyl methacrylate
Adper™ Single Bond 2 Adhesive	N804827	3M-ESPE	Ethanol, Bis-GMA*, silica filler treated silane, 2-hydroxyethyl methacrylate, 1,3-dimethacrylate glycerol, acrylic acid and itaconic acid copolymer and dimethacrylate diurethane
RelyX™ Veneer light-curing resin cement	N851353 N873692	3M-ESPE	Ceramics treated with silane, 2,2'-ethylenedioxydiethyl dimethacrylate, Bis-GMA, silane-treated silica, functionalized dimethacrylate polymer and water

\*Note: Bis-GMA (bisphenol-A glycidyl dimethacrylate)

Source: Vita [28] and 3M-ESPE [29]

**Table 2. Discrimination of cementation of ceramic discs.**

Groups of ceramic disks	Cementing technique
G1	ceramic disc + hydrofluoric acid 10% for 2 minutes + 2 layers of silane + resin cement
G2	ceramic disc + hydrofluoric acid 10% for 2 minutes + 2 layers of silane + 1 layer of non-photoactivated adhesive + resin cement
G3	ceramic disc + hydrofluoric acid 10% for 2 minutes + 2 layers of silane + 1 layer of photoactivated adhesive + resin cement

**Table 3. Means and standard deviation of the flexural strength test (MPa) and modulus of elasticity (MPa)**

Materials	Flexural strength	Modulus of elasticity
Cement	144,94 (22,35) a	525,35 (87,37) a
Cement + photoactivated adhesive	221,52 (69,96) a	712,34 (152,07) a
Cement + non-photoactivated adhesive	183,96 (41,18) a	660,38 (152,07) a

Different letters represent statistically significant differences in each column according to the Kruskal-Wallis test with a significance level of 95%

**Table 4. Means and standard deviation of biaxial stress at  $t = 0$  and  $z = -t_2$  (MPa)**

Materials	$t=0$	$z=-t_2$
Cement	81,90 (20,00) a	488,14 (148,81) a
Cement + photoactivated adhesive	68,09 (15,56) a	270,90 (90,62) b
Cement + non-photoactivated adhesive	70,90 (9,57) a	330,50 (90,26) ab

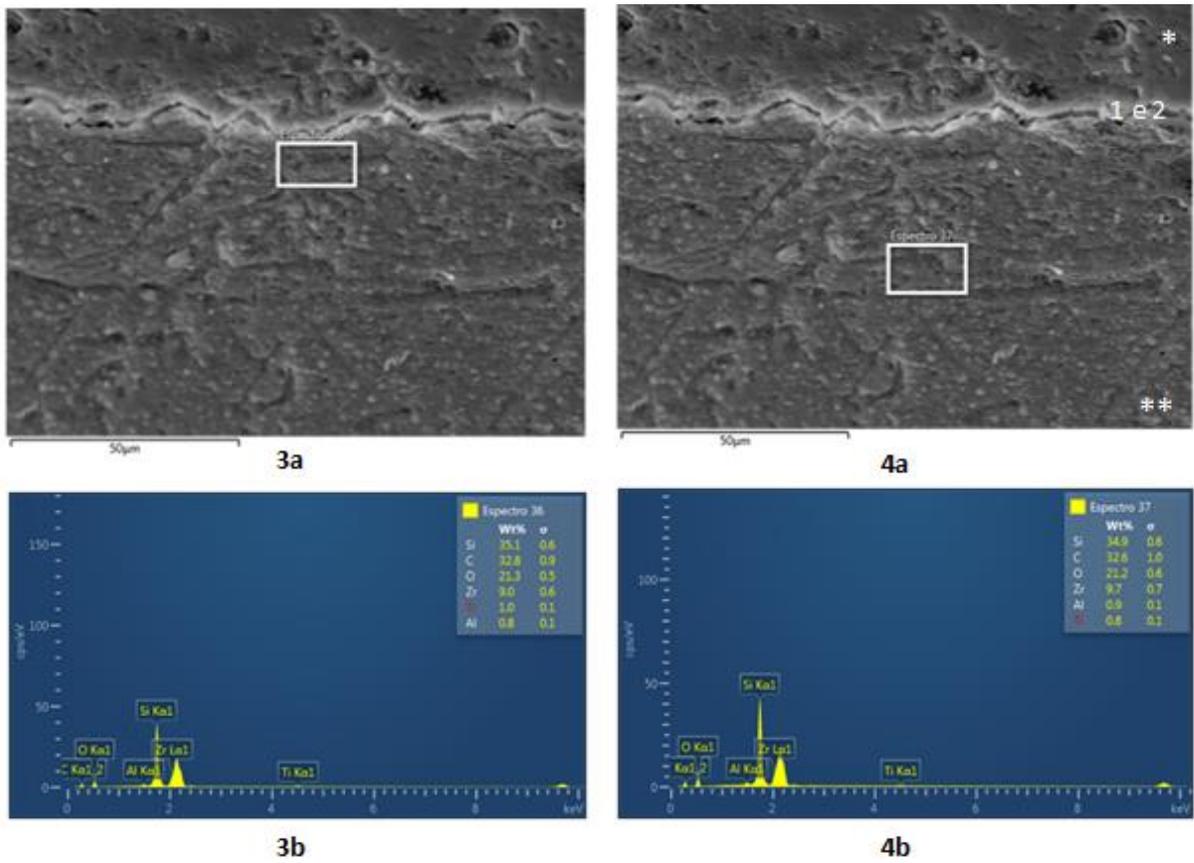
Different letters represent statistically significant differences in each column according to the Kruskal-Wallis test with a significance level of 95%

**Table 5. Means and standard deviation of the cement thickness value (in mm)**

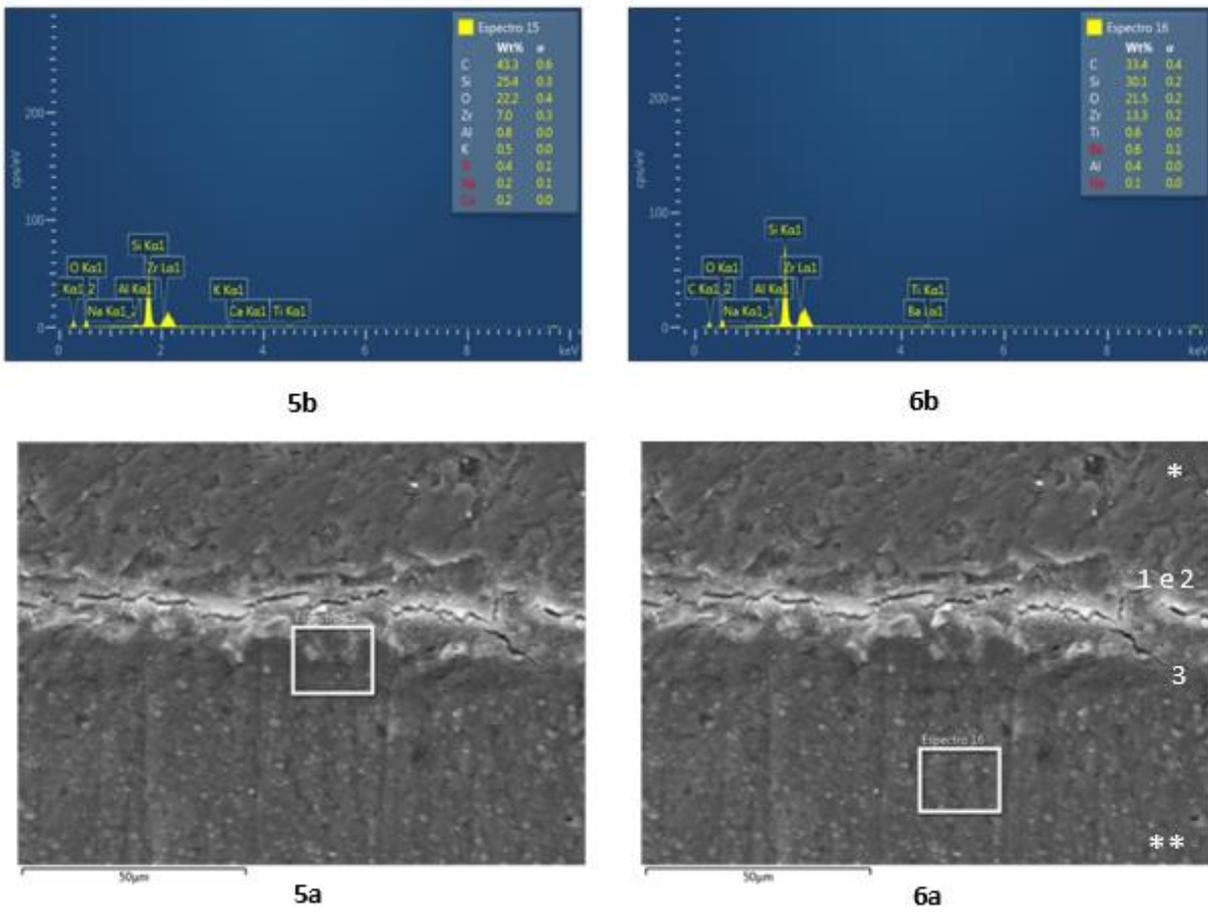
Materials	Thickness
Cement	0,33 (0,07) a
Cement + photoactivated adhesive	0,55 (0,11) a
Cement + non-photoactivated adhesive	0,44 (0,09) ab

Different letters represent statistically significant differences in each column according to the Kruskal-Wallis test with a significance level of 95%

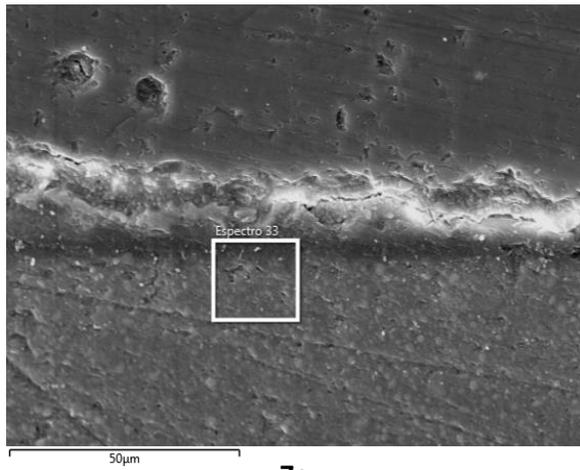
## Figures



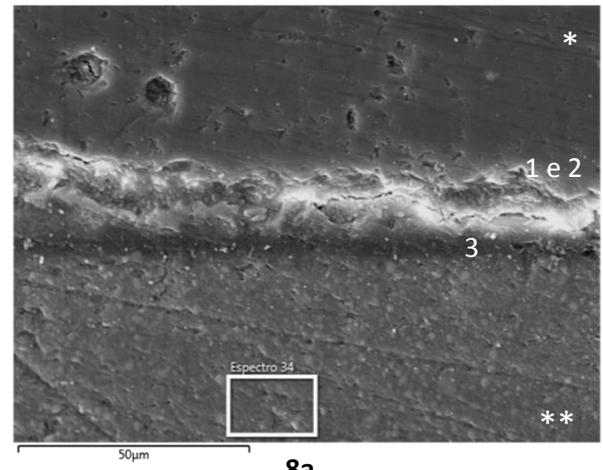
**Fig. 1. SEM images and reading in EDS - Group 2 (ceramic \* + hydrofluoric acid 10% 1 + silane 2 + resin cement \*\*)**



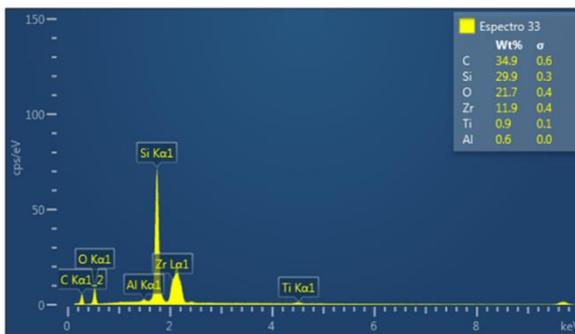
**Fig. 2. SEM images and reading in EDS - Group 3 (ceramic \* + hydrofluoric acid 10% 1 + silane 2 + non-photoactivated adhesive 3 + resin cement \*\*)**



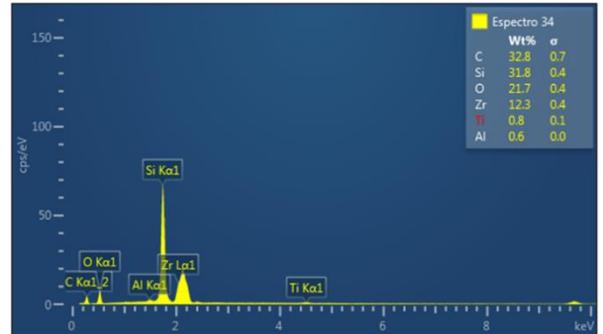
7a



8a



7b



8b

**Fig. 3. SEM images and reading in EDS - Group 4 (ceramic \* + hydrofluoric acid 10% 1 + silane 2 + photoactivated adhesive 3 + resin cement \*\*)**



## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Retomando o objetivo principal que moveu este estudo, isto é, a busca pela avaliação da técnica de cimentação na resistência biaxial, dos laminados dentários cerâmicos de 1mm de espessura unidos ao cimento resinoso fotopolimerizável RelyX™ Veneer WO (3M ESPE), especialmente a fotoativação ou não do adesivo na superfície cerâmica, demonstrou que a etapa de cimentação de uma cerâmica feldspática pode ser considerada como um dos momentos mais críticos para o resultado final de uma restauração indireta. Nesse sentido, a escolha do material cimentante e a ocorrência de erros operatórios são suficientes para aumentar a chance de fratura ou de uma descimentação de uma restauração indireta. Dito de outro modo, ou o material pode não ser a melhor escolha para determinada situação clínica ou o domínio da técnica pode comprometer a camada do cimento resinoso ou a interface cerâmica/materiais cimentantes.

Usar um ensaio que submeta uma cerâmica e seu conjunto cimentante a um esforço total de compressão, mas que cause uma flexão nos planos vertical e tensões de tração no plano horizontal é interessante, pois reproduz uma condição clínica em que uma restauração é submetida. Assim, na função oclusão, os esforços compressivos diretos ou indiretos sobre a cerâmica passam e influenciam também a camada do agente de fixação. Neste momento, todo o sistema restaurador vai responder de acordo com suas propriedades mecânicas ou, em outras palavras, com sua capacidade de escoamento frente a um esforço, à deformação elástica e o quanto de carga cada componente suporta até a fratura de sua estrutura.

A tensão biaxial dos laminados dentários cerâmicos de espessura de 1mm em região da base da cerâmica feldspática ( $t=0$ ) em contato com o cimento resinoso e adesivo (seja fotoativado ou não) foi similar para todos os grupos testados. Isso significa dizer que na região da base da cerâmica não há qualquer diferença significativa quanto à técnica de cimentação, visto que todas elas promovem reforço similar para a estrutura de cerâmica. Importante ressaltar, no entanto, que o processo de cimentar vai mais além da porção da cerâmica, ou seja, quando se analisa  $t=t_2$  é como se considerasse toda a espessura do conjunto, contendo cerâmica, adesivo (se houver) e o cimento propriamente dito.

Os resultados do estudo mostraram que aplicar o adesivo não produziu qualquer efeito positivo sobre o reforço da cerâmica feldspática. Pelo contrário, os

resultados foram melhores quando o adesivo não foi aplicado. De certa maneira, tal resultado não deixa de ser curioso, pois as imagens de microscopia eletrônica de varredura mostraram que há uma camada nítida do adesivo logo abaixo da cerâmica, preenchendo as irregularidades da cerâmica. Isto, em tese, seria o suficiente para conferir valores superiores de resistência à tensão biaxial ao grupo que empregou o cimento sozinho. Aparentemente, o inconveniente do uso de um sistema adesivo, polimerizando ou não, é que sua aplicação na cerâmica determina uma espessura de cimento maior, comparativamente ao grupo em que foi aplicado o cimento puro. Assim, pelo que se pôde depreender, essa ação foi determinante para causar a diminuição do valor de resistência à tensão biaxial em  $t = -t_2$ .

Em relação à região  $t=-t_2$ , o melhor resultado foi quando o cimento sem qualquer adesivo foi empregado. Sua espessura foi menor nessa situação e seu módulo de elasticidade foi suficiente para reforçar a cerâmica de 1mm. Isso se dá, provavelmente, porque o cimento resinoso possui viscosidade suficiente para um mínimo preenchimento das irregularidades na superfície de cerâmica. Entretanto, ao que tudo indica, esta região é sensível em relação à presença de certos elementos químicos. Nos grupos em que houve maior leitura de carbono pelo EDS, ou seja, aqueles em que estão presentes o sistema adesivo - fotoativado ou não - os valores de resistência à tensão biaxial de  $t = -t_2$  foram menores. Maior conteúdo de carbono indica, possivelmente, menor quantidade de carga inorgânica no local provocando uma menor resistência local ao momento de flexão durante os ensaios.

O presente estudo focou apenas na questão da técnica de cimentação, sem qualquer variação dos materiais e da espessura da cerâmica. Desta forma, os resultados podem até ser parcialmente extrapolados para explicação de um possível comportamento clínico, chance de fratura e longevidade clínica da restauração indireta com 1 mm de espessura.

Consciente de que pesquisar é ter a certeza de encontrar muito mais indagações que respostas, muitos questionamentos ocorreram durante todos o processo de investigação, especialmente ao final da prática do estudo, tais como suposições do comportamento de outros sistemas de cimentação, outro tipo de adesivo com monômero autocondicionante, por exemplo, bem como acerca de espessura maior ou menor da cerâmica e, até mesmo outro tipo de cerâmica.

Mesmo diante desses desafios e que se interpuseram, creio ter alcançado os propósitos anunciados na introdução deste estudo, ciente de que o mesmo pode servir de ponto de partida e estímulo para que mais estudos abordem as relações entre as técnicas de cimentação, espessura do conjunto cimentante e, também, a probabilidade de fratura frente a diferentes condições de cimentação e/ou materiais restauradores.



## REFERÊNCIAS

- 3M-ESPE. 3M Ciência. Aplicada à vida. **3M Oral care**. 2007. Disponível em: <[https://www.3m.com.br/3M/pt\\_BR/odontologia/](https://www.3m.com.br/3M/pt_BR/odontologia/)>. Acesso em: 2 jan. 2018.
- CUNHA, L.F. et al. Ceramic veneers with minimum preparation. **European Journal of Dentistry**, v.7, n.4, p. 492-496, Oct./Dec. 2017.
- DEBNATH, S. et al. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. **Dental Materials**, v.19, n.5, p. 441-448, July 2003.
- DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K.J. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. **Dental Materials**, v.20, n.4, p. 338-344, 2004.
- DE JAGER, N.; PALLAV, P.; FEILZER, A.J. The apparent increase of the Young's modulus in thin cement layers. **Dental Materials**, v.20, n.5, p. 457-462, June 2004.
- FURUSE, A.Y. et al. Influence of light activation of simplified adhesives on the shear bond strength of resin cements to a leucite-reinforced ceramic. **European Journal of Dentistry**, v.12, n.1, p. 3-6, Jan./Mar. 2018.
- GRESNIGT, M.; OZCAN, M. Esthetic rehabilitation of anterior teeth with porcelain laminates and sectional veneers. **Journal Canadian Dental Association**, v.77, p. b143, 2011.
- HSUEH, C.H.; LANCE, M.J.; FERBER, M.K. Stress distributions in thin bilayer discs subjected to ball-on-ring tests. **Journal of the American Ceramic Society**, v.88, n.6, p. 1687-1690, May 2005.
- SÖDERHOLM, K.J.; SHANG, S.W. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. **Journal of Dental Research**, v.72, n.6, p. 1050-1054, June 1993.
- SPAZZIN, A.O. et al. Ceramic strengthening by tuning the elastic moduli of resin-based luting agents. **Dental Materials**, v.33, n.3, p. 358-366, Mar. 2017.
- VENEZIANI, M. Ceramic laminate veneers: clinical procedures with a multidisciplinary approach. **The International Journal of Esthetic Dentistry**, v.12, n.4, p. 426-448, 2017.
- VITA. **VITAVM®7 Cerâmica de estrutura fina para materiais de estrutura cerâmica sem metal com uma CET entre 7,2 e 7,8**. 2018. Disponível em: <<https://www.vita-zahnfabrik.com/es/Material-de-recubrimiento/Ceramica-integral/VITAVM7-30466,27568.html>>. Acesso em: 8 jan. 2018.
- ZENG, K.; ODÉN, A.; ROWCLIFFE, D. Flexure tests on dental ceramics. **The International Journal of Prosthodontics**, v.9, n.5, p. 434-439, Sept./Oct. 1996.