

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

Douglas Visconte Gonçalves

**EFEITO DA TÉCNICA DE CIMENTAÇÃO E DO ARMAZENAMENTO, NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E  
CIMENTO RESINOSO**

Belo Horizonte  
2024

Douglas Visconte Gonçalves

**EFEITO DA TÉCNICA DE CIMENTAÇÃO E DO ARMAZENAMENTO, NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E  
CIMENTO RESINOSO**

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

Linha de pesquisa: Propriedades físicas, químicas e biológicas os materiais odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Belo Horizonte

2024

## FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

G635e      Gonçalves, Douglas Visconte  
Efeito da técnica de cimentação e do armazenamento, na resistência de união entre cerâmica de dissilicato de lítio e cimento resinoso / Douglas Visconte Gonçalves. Belo Horizonte, 2024.  
61 f. : il.

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

1. Materiais dentários. 2. Cimentos de resina. 3. Adesivos dentinários - Armazenamento. 4. Litio. 5. Resistência ao cisalhamento. 6. Microscopia eletrônica de varredura. I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 616.314-08

Ficha catalográfica elaborada por Fabiana Marques de Souza e Silva - CRB 6/2086

Douglas Visconte Gonçalves

**EFEITO DA TÉCNICA DE CIMENTAÇÃO E DO ARMAZENAMENTO, NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E  
CIMENTO RESINOSO**

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.

**COMPOSIÇÃO DA BANCA EXAMINADORA:**

- 1- Prof. Dr. Walison Arthuso Vasconcellos – UFMG
- 2- Profa. Dra. Dayse Aparecida Pieroli – PUC Minas
- 3- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

**DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 23 de fevereiro de 2024**

**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**

*Dedico este trabalho aos meus pais,  
Miriam Visconte dos Santos Gonçalves e Erly Gonçalves Moreira Jr,  
ao meu orientador Alberto Nogueira de Gama Antunes, professores e  
aos meus colegas de caminhada durante o mestrado.*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus, por me permitir concluir mais uma etapa importante na minha vida acadêmica e profissional.

Aos meus pais, Miriam Visconte dos Santos Gonçalves e Erly Gonçalves Moreira Jr por todo incentivo com minha educação, me apoiando desde sempre em toda minha caminhada.

Em memória a minha querida avó Maria de Lourdes que não pode acompanhar de perto esta etapa, mas foi de suma importância para mim nestes anos.

Ao meu Irmão Igor Visconte Gonçalves, por servir de exemplo para mim neste meio acadêmico.

A minha namorada Fernanda dos Santos Penello Cardoso, por todo apoio durante esses anos.

Ao meu orientador, Alberto Nogueira de Gama Antunes, que sempre esteve presente durante todos os momentos deste trabalho, mostrando grande bagagem de conhecimentos que foi de fundamental importância para que esse trabalho fosse possível.

Aos meus mestres e colegas Emilio Akaki e Guilherme Senna, que me incentivaram e apoiaram a ingressar no mestrado acadêmico.

A todos os funcionários envolvidos direta e indiretamente na execução da pesquisa.

À Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, por oferecer uma formação de extrema qualidade.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi de avaliar a resistência ao cisalhamento de diferentes sistemas adesivos, considerando adesivos previamente polimerizados e não polimerizados. Foram feitas comparações com a condição controle (sem adesivo). Foram fabricados corpos de prova, consistindo em cilindros de resina cimentados em cerâmicas de dissilicato de lítio. A técnica de adesão variou entre grupos com sistemas adesivos previamente polimerizados e grupos não polimerizados. Além disso, o meio de armazenamento também foi variado, com metade dos corpos de prova mantidos em água destilada a 37 graus por um período de 6 meses. Todos os corpos de prova foram submetidos a um teste de resistência ao cisalhamento, visando comparar os valores obtidos nas duas técnicas empregadas, bem como avaliar os efeitos de diferentes tempos de armazenamento em meio úmido. O padrão de fratura foi posteriormente analisado por meio de microscopia óptica. Nas primeiras 24 horas, o Single Bond 2 mostrou os melhores valores de adesão. Após 6 meses, a qualidade de aderência manteve-se para o Single Bond 2 e melhorou com o Scotch Bond MP, enquanto o adesivo Universal apresentou queda nos valores. Não houve diferenças entre as técnicas usadas no uso dos adesivos, exceto pelo Scotch Bond MP em 24 horas, que teve melhor desempenho com adesivo previamente polimerizado. Comparado à condição controle, a adesão melhora com o uso do adesivo Scotch Bond MP. Falhas adesivas foram frequentes em todos os grupos, em ambos os períodos de teste. Após 6 meses de envelhecimento, o padrão Misto tornou-se mais comum em todos os grupos, e o padrão de fratura coesiva no cimento foi menos frequente.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Cimentos resinosos. Compósitos. Resistência ao cisalhamento.

## **ABSTRACT**

The aim of this study was to evaluate the shear strength of different adhesive systems, considering both pre-polymerized and non-polymerized adhesives. Comparisons were made with the control condition (without adhesive). Test specimens were fabricated, consisting of resin cylinders cemented to lithium disilicate ceramics. The bonding technique varied between groups with pre-polymerized adhesive systems and non-polymerized groups. Additionally, the storage medium was varied, with half of the specimens kept in distilled water at 37 degrees for a period of 6 months. All specimens underwent a shear strength test, aiming to compare the values obtained in the two techniques employed, as well as to assess the effects of different storage times in a humid environment. The fracture pattern was subsequently analyzed using optical microscopy. In the first 24 hours, Single Bond 2 showed the best adhesion values. After 6 months, the quality of adhesion was maintained for Single Bond 2 and improved with Scotch Bond MP, while the Universal adhesive showed a decrease in values. There were no differences between the techniques used in the use of adhesives, except for Scotch Bond MP at 24 hours, which performed better with pre-polymerized adhesive. Compared to the control condition, adhesion improves with the use of Scotch Bond MP adhesive. Adhesive failures were frequent in all groups, at both test periods. After 6 months of aging, the Mixed pattern became more common in all groups, and the cohesive fracture pattern in cement was less frequent.

**Keywords:** Dentin adhesives. Resin cements. Composites. Shear bond strength.

## LISTA DE FIGURAS

|                                                                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1: Material utilizado para confecção dos cilindros de resina .....                                                          | 29 |
| Figura 2: Disco de cerâmica fabricado em laboratório .....                                                                         | 30 |
| Figura 3: Disco de cerâmica após ser embutido no cilindro de PVC com resina acrílica .....                                         | 30 |
| Figura 4: Condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação de silano .....                                                        | 32 |
| Figura 5: Adesivos utilizados no estudo .....                                                                                      | 32 |
| Figura 6: Sequência de aplicação de adesivo e cimentação do cilindro de resina ....                                                | 33 |
| Figura 7: Amostra com todos os cilindros de resina cimentados na superfície do disco de cerâmica embutido em cilindro de PVC ..... | 33 |
| Figura 8: Armazenamento das amostras nos períodos de 24 horas ou 6 meses em água destilada .....                                   | 33 |
| Figura 9: Ensaio mecânico Emic 500 .....                                                                                           | 34 |
| Figura 10: Dispositivo de cisalhamento e corpo de prova posicionado na Emic 500                                                    | 34 |
| Figura 11: Microscópio Zeiss SteREO Discovery.V8 .....                                                                             | 35 |
| Figura 12: (a) Falha do tipo adesiva (b) Falha do tipo coesiva e (c) Falha mista .....                                             | 35 |

## LISTA DE QUADROS

|                                                   |    |
|---------------------------------------------------|----|
| Quadro 1: Materiais utilizados e composição ..... | 31 |
|---------------------------------------------------|----|

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|                    |                                   |
|--------------------|-----------------------------------|
| Bar                | Unidade de pressão                |
| Bis-GMA            | Bis-Fenol A-Glicidil Metacrilato  |
| °C                 | Graus Celsius                     |
| MPa                | Megapascal                        |
| mW/cm <sup>2</sup> | Miliwatts por centímetro quadrado |
| N                  | Newtons                           |
| n                  | Número de amostras                |
| PVC                | Policloreto de vinil              |

## SUMÁRIO

|     |                             |    |
|-----|-----------------------------|----|
| 1   | INTRODUÇÃO .....            | 21 |
| 2   | OBJETIVOS .....             | 27 |
| 2.1 | Objetivo geral .....        | 27 |
| 2.2 | Objetivos específicos ..... | 27 |
| 3   | MATERIAL E MÉTODOS.....     | 29 |
| 4   | ARTIGO CIENTIFICO.....      | 37 |
| 5   | CONSIDERAÇÕES FINAIS .....  | 57 |
|     | REFERÊNCIAS .....           | 59 |

## 1 INTRODUÇÃO

Durante a maior parte do século XX, os materiais predominantes utilizados para a fixação e o selamento interno de próteses fixas, como facetas, *inlays*, coroas e pontes, eram restritos ao cimento de óxido de zinco e eugenol e ao cimento de fosfato de zinco. Com o advento da Odontologia adesiva, houve um avanço significativo, permitindo não apenas melhores resultados estéticos, mas também abordagens restauradoras menos invasivas. Isso se deve ao fato de que a necessidade de retenção, anteriormente estritamente dependente de extensos preparos cavitários que frequentemente exigiam maior desgaste da estrutura dental para alcançar uma aderência efetiva, foi transformada pela nova técnica adesiva que exigia menor desgaste do remanescente dental (Van Noort; Barbour, 2014).

E grande parte deste avanço iniciou-se com a introdução da técnica de condicionamento ácido em esmalte, feita por Buonocore (1955), que proporcionava uma melhor qualidade da união entre o material resinoso com o esmalte. A tentativa de se fazer o mesmo com a dentina na época não alcançava resultados satisfatórios. Além disso, existia o receio de que uma solução ácida sobre a dentina causasse danos a polpa. Estudos do condicionamento ácido que envolvesse a dentina só foram retomados com Fusayama *et al.* (1979), com a técnica de condicionamento ácido total, em esmalte e dentina. O sucesso de uma união efetiva depende da penetração dos monômeros através das fibras colágenas previamente expostas pelo condicionamento ácido e encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita na área desmineralizada da dentina, criando uma zona de resina reforçada, conhecida como cama híbrida (Nakabayashi; Kojima; Masuhara, 1982).

Na Odontologia restauradora atual um dos grandes desafios é o desenvolvimento de materiais restauradores adesivos, que consigam promover união estável e durável ao substrato dental (Hashimoto *et al.*, 2000). Em situações de extensas perdas de estrutura dental, restaurações indiretas são indicadas, com uma crescente utilização de compósitos e de cerâmicas. Além da melhora nas propriedades mecânicas desses materiais restauradores indiretos, como o aumento na resistência ao desgaste, na resistência à compressão e flexão (Manhart *et al.*, 2004), o desenvolvimento e aprimoramento dos sistemas de cimentação (agentes de união/cimentos resinosos) contribuiu para uma melhor união das restaurações

indiretas à estrutura dental, promovendo maior segurança aos clínicos no momento da cimentação (Sjogren *et al.*, 1995).

O uso de cerâmicas na Odontologia tem se tornado cada vez mais comum devido às suas excelentes propriedades estéticas, biocompatibilidade, resistência à abrasão, longevidade e previsibilidade de resultados (Fradeani; Redemagni; Corrado, 2005). Todas as cerâmicas odontológicas são materiais inorgânicos compostos por óxidos contendo um ou mais elementos metálicos ou não-metálicos, tais como alumínio, cálcio, lítio, magnésio, fósforo, potássio, silício, sódio, titânio e zircônia (Anusavice; Shen; Rawals, 2013). Elas são caracterizadas por duas fases: uma fase vítrea composta por uma cadeia básica de óxido de silício ( $\text{SiO}_4$ ), que principalmente determina a estética do material, e uma fase cristalina responsável principalmente pelas propriedades mecânicas do material (Gomes *et al.*, 2008). Portanto, entende-se que, basicamente, a composição química das cerâmicas é semelhante; o que as diferencia é o arranjo espacial tridimensional dos átomos destes componentes, em outras palavras, sua microestrutura.

A microestrutura das cerâmicas odontológicas influencia tanto nas propriedades mecânicas e físicas quanto nas propriedades ópticas. É notório que ainda não existe um único sistema ideal para todas as indicações, sendo ainda necessário ao profissional conhecer bem os sistemas odontológicos disponíveis no mercado para obtenção do sucesso das restaurações. A fase cristalina e a translucidez são inversamente proporcionais, quanto maior a fase cristalina e menor a fase vítrea, maior serão as propriedades mecânicas e menor será sua estética. E de forma contrária, quanto maior a translucidez, maior será a fase vítrea e menor será a fase cristalina e, portanto, menor suas propriedades mecânicas (Valle *et al.*, 2010).

Em 1998 a introdução de cristais de dissilicato de lítio na estrutura nas cerâmicas, melhorou o sistema das cerâmicas injetadas. A adição destes cristais contribuiu para o aumento da resistência a fratura deste sistema. Os cristais de dissilicato de lítio estão dispersos em uma estrutura de bloqueio que impede a propagação de trincas por meio de processos de absorção de energia, tais como a rachadura de deflexão e ramificação (Schweiger *et al.*, 1999). Os sistemas de cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio tiveram modificações aos longos dos anos e conseqüentemente melhoras das propriedades. Como exemplo: o IPS Empress 2, a primeira cerâmica vítrea reforçada com cristais de dissilicato de lítio ( $\text{SiO}_2\text{-LiO}_2$ ). IPS e.max CAD, sistema que coordena a técnica de injeção à alta temperatura e tecnologia

CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Assisted Machining) e o IPS e.max Press, sistema com melhores propriedades físicas e translucidez que os dois anteriores, tendo o processo de produção com 2 fases cristalinas, ocorrendo a queima simultânea (dupla nucleação) dos cristais de dissilicato de lítio e de metassilicato de lítio. Cristais estes medindo aproximadamente 3-6  $\mu\text{m}$  em comprimento (Ivoclar Vivadent, 2022).

Durante muito tempo, restaurações indiretas eram cimentadas apenas com cimentos convencionais como os cimentos de fosfato de zinco ou ionômero de vidro. O desenvolvimento de materiais resinosos durante a década de 60 permitiu o surgimento dos cimentos resinosos. Assim como no caso do esmalte dental, os cimentos resinosos não têm uma afinidade natural para se unir à superfície da cerâmica. Apenas com a criação do condicionamento com ácido fluorídrico, introduzido por Horn (1983) é que a união direta ao esmalte utilizando cimento resinoso se tornou possível. A ação do ácido fluorídrico dissolve parte da matriz vítrea da cerâmica, criando assim micro irregularidades na superfície interna do material, permitindo que o cimento resinoso penetre nestes espaços microscópicos produzindo uma forte união (Anusavice; Shen; Rawals, 2013; Van Noort; Barbour, 2014).

Para ocorrer uma melhor união do cimento resinoso com a superfície da cerâmica, é necessário lançar mão de um agente de união, o silano. Que é uma molécula bifuncional derivada do silício, que por meio de uma reação química é capaz de unir a porção orgânica do cimento à porção inorgânica da cerâmica. O silano atua em todos os tipos de compósitos, mas não em todos os tipos de cerâmica, é necessário haver a presença de sílica em sua composição (Anusavice; Shen; Rawals, 2013).

Restaurações indiretas estéticas como *inlays*, *onlays*, laminados e coroas são cimentados hoje ao substrato dental por cimentos resinosos (Hikita *et al.*, 2007; Manhart *et al.*, 2004; Peumans *et al.*, 2000), e são procedimentos que envolvem vários passos clínicos para o condicionamento da superfície das peças protéticas, bem como do substrato dental (Escribano; De La Macorra, 2006). A utilização dos cimentos resinosos precisa ser associada juntamente a sistemas adesivos, sendo a técnica de aplicação um fator crítico para o sucesso do tratamento, uma incorreta conduta do operador pode levar a ocorrência de sensibilidade pós-operatória (Mak *et al.*, 2002).

Um cimento odontológico ideal dever apresentar resistência adequada à dissolução no meio bucal, possuir propriedades mecânicas para resistir às forças

transmitidas ao cimento através da restauração, resistência à tensão e compressão e aderir à restauração e a estrutura dentária tanto mecânica quanto quimicamente. Deve ser biocompatível, possuir altos valores de dureza e módulo de elasticidade (Pegoraro; Da Silva; Carvalho, 2007). Os cimentos resinosos são tradicionalmente utilizados em associação com sistemas adesivos (De Munck *et al.*, 2003; Hikita *et al.*, 2007; Reich *et al.*, 2005) e podem ser classificados em fotoativáveis, autopolimerizáveis ou duais (apresentam tanto componentes fotoativáveis como autopolimerizáveis na mesma formulação química). Cada uma das suas formas de iniciação de polimerização foi desenvolvida para garantir que o cimento tenha uma polimerização eficaz mesmo em situações desfavoráveis, como, por exemplo, quando uma restauração indireta reduz consideravelmente a intensidade de luz que atravessa esse material, principalmente em pinos intrarradiculares, o que poderia resultar em um baixo grau de conversão desses cimentos, afetando as propriedades mecânicas da interface de união (Rasetto *et al.*, 2004; Versluis *et al.*, 2004).

Por tais motivos, o desenvolvimento dos cimentos resinosos de ativação dual que além de possuir aminas aromáticas e fotoiniciadores, como a canforoquinona para iniciar a reação de polimerização através da ativação pela luz, também apresentam em sua composição, peróxido de benzoila aminas terciárias alifáticas, que geram radicais livres, permitindo que a reação de polimerização seja capaz de ocorrer mesmo na ausência de luz, ou quando ela não é capaz de atravessar o material restaurador indireto (Arrais; Giannini; Rueggeberg, 2009; Arrais *et al.*, 2010).

Os sistemas adesivos em grande maioria são fotoativados. Os sistemas ativados por luz vão apresentar em suas composições o sistema de aminas aromáticas e fotoiniciadores, como a canforoquinona, para que a reação de polimerização seja feita pela ativação da luz. Porém, existem algumas situações clínicas que não é possível utilizar a luz com intensidade suficiente para se iniciar a polimerização do adesivo, como na cimentação de pinos pré-fabricados e algumas restaurações indiretas (Arrais *et al.*, 2010; Reis; Giannini; Pereira, 2007). Uma polimerização menos eficaz no interior da cama híbrida, resultará em uma rede de polímeros com maior suscetibilidade de absorção, pela lixiviação de uma maior quantidade de monômeros residuais presentes no seu interior e quantidade menor de ligações cruzadas, sendo necessário então sistemas adesivos com ativação química ou dual (Breschi *et al.*, 2007; Liu *et al.*, 2011).

A cimentação de restaurações indiretas pode variar conforme o produto a ser utilizado e com a recomendação do fabricante. Alguns fabricantes preconizam a fotoativação do adesivo previamente à aplicação do cimento resinoso, considerando que o adesivo com acesso direto à exposição da luz, apresentará adequada polimerização, resultando em melhores valores de resistência de união entre a peça protética e o cimento resinoso (McCabe; Rusby, 1994; Platt, 1999). O resultado final depende do tipo de sistema usado. As camadas de adesivo previamente fotoativadas criadas por sistemas de dois passos, normalmente contém água residual e possuem um elevado conteúdo de monômeros hidrófilos proporcionando uma camada adesiva com maior suscetibilidade à degradação hidrolítica em relação aos sistemas adesivos de três passos que contém mais monômeros hidrófobos e menos água residual (De Munck *et al.*, 2003; Tanaka *et al.*, 1999).

Uma abordagem clínica desenvolvida por alguns fabricantes, é a aplicação do sistema adesivo e não é feito a fotoativação antes do cimento resinoso. Adesivos duais são aplicados nos substratos dentais, não fotoativados, interagindo com o cimento resinoso aplicado. Nesta técnica o máximo assentamento da restauração é permitido e se cria uma camada adesiva feita pela mistura do agente adesivo e do cimento resinoso (Arrais; Giannini; Rueggeberg, 2009; De Menezes; Arraias; Giannini, 2006). É indiferente da técnica utilizada e de todos os avanços na Odontologia adesiva, ainda é observada a degradação das interfaces adesivas. Um processo dependente do tempo que ocorre via dois mecanismos; hidrólise das fibrilas colágenas expostas não infiltradas pelos monômeros e pela lixiviação de componentes resinosos do interior da camada híbrida (Armstrong *et al.*, 2006).

Portanto, considerando a presença de novos sistemas adesivos, este trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da fotoativação prévia ou não, de diferentes sistemas adesivos na superfície de cerâmicas à base de dissilicato de lítio, e de seu armazenamento em meio úmido. Utilizando um ensaio de resistência a cisalhamento e posteriormente, análise das fraturas dos corpos de prova com microscópio óptica.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

Avaliar a resistência ao cisalhamento de diferentes técnicas de aplicação de sistemas adesivos.

### **2.2 Objetivos específicos**

- a) investigar o impacto do método de aplicação de diferentes sistemas adesivos nos valores de resistência ao cisalhamento (MPa), avaliando a adesão entre material resinoso e adesivo na união entre cerâmica dissilicato de lítio e resina composta;
- b) examinar o efeito do armazenamento em água destilada (37°C) por 6 meses nos valores de resistência de união;
- c) analisar os padrões de fratura por meio de microscopia óptica dos corpos de prova após a realização dos testes de resistência ao cisalhamento.

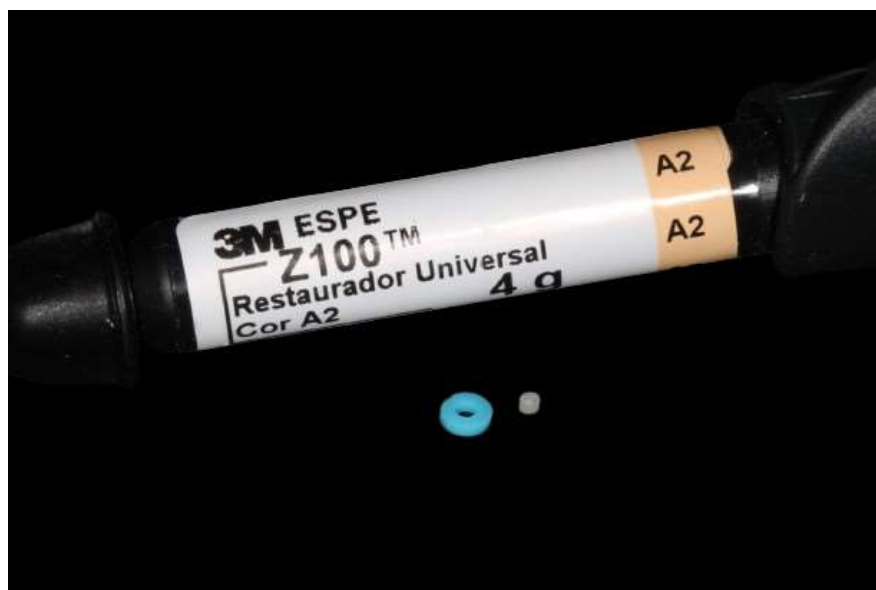
### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo foram confeccionados 420 cilindros de resina composta (Z100, 3M ESPE, EUA) nas seguintes dimensões: 2 mm de espessura e 1,2 mm de diâmetro, com o auxílio de um molde de borracha. Polimerizados por 40 segundos usando o aparelho Valo (Ultradent, EUA) a 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Após produzidos todos os cilindros de resina composta, foram submetidos a um processo de pós-cura em autoclave (140°C por 15 minutos). A autoclave utilizada é a vapor e pressão, Vitale Class (Cristófoli Biossegurança – Brasil), com 12 litros de capacidade e potência 1.200 Watts.

Também foram confeccionados em laboratório discos em cerâmica injetada de dissilicato de lítio IPS e.max® (Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein), com 15 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura, conforme instruções dos fabricantes, num total de 84 discos.

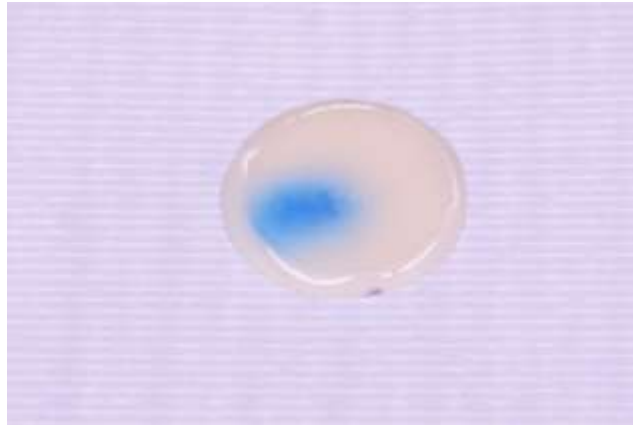
Cada disco de cerâmica foi embutido em resina acrílica, em um molde de Policloreto de Polivinila (PVC). Que após o tempo de presa da resina acrílica, foram polidos de maneira manual com lixas de carbetto de silício de granulação 200 e em seguida com outra de granulação 600. Todo o conjunto foi lavado em água corrente após o trabalho realizado com as lixas.

**Figura 1: Material utilizado para confecção dos cilindros de resina**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 2: Disco de cerâmica fabricado em laboratório**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 3: Disco de cerâmica após ser embutido no cilindro de PVC com resina acrílica**



Fonte: Elaborado pelo autor

O condicionamento da superfície dos discos de cerâmica foi feito com aplicação de ácido fluorídrico (10%) por 20 segundos, lavado com água e depois secado com auxílio de jatos de ar. Posteriormente foi aplicado silano com auxílio de um microbrush, no qual permaneceu agindo por 60 segundos e em seguida a superfície secada por 20 segundos com jatos de ar.

Após o condicionamento necessário os discos de cerâmica foram ser separados em grupos, divididos de acordo com adesivo que será utilizado e também quanto a técnica empregada (previamente fotoativados e não fotoativados):

- a) Scotch Bond MP (adesivo, passo 3) – fotoativado previamente;
- b) Single Bond 2 – fotoativado previamente;
- c) Scotch Bond Universal – fotoativado previamente;
- d) Scotch Bond MP (adesivo, passo 3) – não fotoativado previamente;

- e) Single Bond 2 – não fotoativado previamente;
- f) Scotch Bond Universal – não fotoativado previamente;
- g) Sem o uso de material adesivo (condição de controle).

**Quadro 1: Materiais utilizados e composição**

| <b>Material/ Fabricante</b>                          | <b>Composição</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
|------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Resina Z100/3M ESPE</b>                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Bisfenol-A glicidilmetacrilato (Bis-GMA).</li> <li>• Trietilenoglicolmetacrilato (TEGDMA).</li> <li>• Zircônia (Sílica).</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b>Cimento resinoso Dual RelyX ULTIMATE/3M ESPE.</b> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pó de vidro (65997-17-3), superfície modificada com 2-propenóico, 2 metil-.3- (trimetoxissilil) propílico (2530-85-0), material a granel. Dimetacrilato substituída. 2,4,6(1H,3H,5H)Pirimidinetriona, 5-fenil-1(fenilmetil) sal de cálcio (2:1). 1,12-Dodecano dimetacrilato. Ácido 2-Propenóico, 2-Metil-, 2-[(2Hidroxietil)(3-Metoxipropil)Amino]Etil Éster. Sílica tratada de silano. P-Toluenosulfonato de sódio. Dióxido de titânio e Ácido 2-propanóico, 2-metil[(3)</li> </ul>                                                                                                                                                        |
| <b>Single Bond 2/ 3M ESPE</b>                        | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Álcool etílico, bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA), sílica trata, 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), copolímero de ácido acrílico e ácido itaconico, glicerol 1,3 dimetacrilato, diuretano dimetacrilato (UDMA), água e difeniliodonio hexafluorofosfato.</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| <b>Scotch Bond Universal /3M</b>                     | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ácido 2-propenóico, 2-metil-,diésteres com 4,6-dibromo-1,3-benzenodiol 2-(2hidroxietoxi) etil 3-hidroxipropil diéteres, Metacrilato de 2-hidroxietila, Ácido 2-Propenóico, 2-metil-, produtos de reação de 1,10-decanodiol com óxido de fósforo (P2O5), Ácido 2-propenoico, 2-metil-, 3(trietoxissilil)propil éster, produtos de reação com sílica e 3-(trietoxissilil)-1-propanamina, Etanol, Água, Sílica amorfa sintetica, cristalina-livre, ÁCIDO METACRÍLICO, 3(TRIETOXISILIL)PROPIL ÉSTER. Canforoquinona, Copolímero de acrílico e ácido itacônico, N,N-Dimetilbenzocaína e Ácido acético, sal de cobre (2+) monohidratado</li> </ul> |
| <b>Silano/Angelus</b>                                | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Silano, etanol,grupo metileno,silício.</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| <b>Scotch Bond MP, Adhesive /3M ESPE</b>             | Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA), 2-hidroxietil metacrilato (HEMA).                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |

Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 4: Condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação de silano**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 5: Adesivos utilizados no estudo**



Fonte: Elaborado pelo autor

Após realizado a aplicação dos sistemas adesivos de cada grupo descrito, foi feita a cimentação dos cilindros de resina na superfície dos discos de cerâmica, no qual foi utilizado o cimento RelyX Ultimate (3M ESPE, EUA). E após as cimentações, metade dos corpos de prova de cada grupo foi armazenado em água destilada num período de 6 meses, em temperatura controlada de 37 graus em estufa utilizada para simular o efeito do ambiente oral úmido, sendo trocada semanalmente.

**Figura 6: Sequência de aplicação de adesivo e cimentação do cilindro de resina**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 7: Amostra com todos os cilindros de resina cimentados na superfície do disco de cerâmica embutido em cilindro de PVC**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 8: Armazenamento das amostras nos períodos de 24 horas ou 6 meses em água destilada**



Fonte: Elaborado pelo autor

O ensaio mecânico utilizado neste estudo foi um teste de cisalhamento, com um  $n=30$ , sendo feito em dois momentos, primeiramente 24 horas após a cimentação dos cilindros de resina composta e posteriormente 6 meses após a cimentação dos demais corpos de prova que ficaram armazenados em água destilada como anteriormente descrito. Para este tipo de teste utilizamos o dispositivo para ensaios de cisalhamento (Odeme, Brasil) adaptado à máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic, São José dos Pinhais, Brasil). Registrando a força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova obtidos pela máquina e posteriormente foi convertido em Mega Pascal (Mpa). Testes que foram conduzidos por dois operadores, no Laboratório de Engenharia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.

**Figura 9: Ensaio mecânico Emic 500**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 10: Dispositivo de cisalhamento e corpo de prova posicionado na Emic 500**



Fonte: Elaborado pelo autor

Os dados obtidos em Mpa foram então analisados com o (GraphPad EUA) em função da normalidade pelo teste de Kolmogorov-Smirnov para análise da normalidade e, posteriormente, submetidos à análise de variância 3-critério com teste post hoc de Tukey. A superfície da cerâmica foi inspecionada em função do seu padrão de fratura com lupa AxioCam Erc 5s- (ZEISS, Oberkrochen, Alemanha), para determinar o tipo da fratura, classificando-as em três categorias distintas: adesiva (indicando falha na interface da resina composta), coesiva (apontando falha na superfície da cerâmica) ou mista (representando uma falha parcialmente adesiva e coesiva), sendo as mistas subdivididas em Mista A: Adesiva + Coesiva Cerâmica, Mista B: Adesiva + Coesiva Cimento Mista C: Adesiva + Coesiva resina.

**Figura 11: Microscópio Zeiss SteREO Discovery.V8**



Fonte: Imagem cedida por Camilla Lage Martins

**Figura 12: (a) Falha do tipo adesiva (b) Falha do tipo coesiva e (c) Falha mista**



Fonte: Elaborado pelo autor



#### 4 ARTIGO CIENTIFICO

**Efeito da técnica de cimentação e do armazenamento, na resistência de união entre cerâmica de dissilicato de lítio e cimento resinoso.**

A realização do artigo seguiu as normas da revista **Journal of Materials Science (Qualis B1)**, disponíveis no site para apreciação: <https://www.springer.com/journal/10853/submission-guidelines>.

**Efeito da técnica de cimentação e do armazenamento, na resistência de união entre cerâmica de dissilicato de lítio e cimento resinoso.**

**Douglas Visconte Gonçalves<sup>1</sup>, Camilla Lage Martins<sup>1</sup>, Isabella Sousa Corrêa<sup>1</sup>, Gabriela Pitanga de Andrade<sup>2</sup>, Douglas Ferreira de Freitas<sup>3</sup>, Alberto Nogueira da Gama Antunes<sup>4</sup>**

*<sup>1</sup> Mestrando, Área de Concentração em Clínicas Odontológicas, Programa de Pós-graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*

*<sup>2</sup> Graduanda, Departamento de Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*

*<sup>3</sup> Professor Assistente, Dom Bosco Ensino Superior, Curitiba, Paraná, Brasil*

*<sup>4</sup> Professor Adjunto, Departamento de Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*

**Correspondência ao autor:** Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes, Programa de Pós-graduação em Odontologia - PUC Minas

Av. Dom José Gaspar, 500, Prédio 46/Sala 101 - Coração Eucarístico, CEP: 30535-901 – Belo Horizonte/MG, Brasil

Telefone: + 55 31 3319-4414 - Email: antunes1978@gmail.com

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi de avaliar a resistência ao cisalhamento de diferentes sistemas adesivos, considerando adesivos previamente polimerizados e não polimerizados. Foram feitas comparações com a condição controle (sem adesivo). Foram fabricados corpos de prova, consistindo em cilindros de resina cimentados em cerâmicas de dissilicato de lítio. A técnica de adesão variou entre grupos com sistemas adesivos previamente polimerizados e grupos não polimerizados. Além disso, o meio de armazenamento também foi variado, com metade dos corpos de prova mantidos em água destilada a 37 graus por um período de 6 meses. Todos os corpos de prova foram submetidos a um teste de resistência ao cisalhamento, visando comparar os valores obtidos nas duas técnicas empregadas, bem como avaliar os efeitos de diferentes tempos de armazenamento em meio úmido. O padrão de fratura foi posteriormente analisado por meio de microscopia óptica. Nas primeiras 24 horas, o Single Bond 2 mostrou os melhores valores de adesão. Após 6 meses, a qualidade de aderência manteve-se para o Single Bond 2 e melhorou com o Scotch Bond MP, enquanto o adesivo Universal apresentou queda nos valores. Não houve diferenças entre as técnicas usadas no uso dos adesivos, exceto pelo Scotch Bond MP em 24 horas, que teve melhor desempenho com adesivo previamente polimerizado. Comparado à condição controle, a adesão melhora com o uso do adesivo Scotch Bond MP. Falhas adesivas foram frequentes em todos os grupos, em ambos os períodos de teste. Após 6 meses de envelhecimento, o padrão Misto tornou-se mais comum em todos os grupos, e o padrão de fratura coesiva no cimento foi menos frequente.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Cimentos resinosos. Compósitos. Resistência ao cisalhamento.

## Introdução

Durante a maior parte do Século XX, os materiais predominantes utilizados para a fixação e vedação interna de próteses fixas, como facetas, *inlays*, coroas e pontes, restringiram-se ao óxido de zinco e cimento de eugenol e ao cimento fosfato de zinco. Com o advento da odontologia adesiva, houve um avanço significativo, permitindo não só melhores resultados estéticos, mas também abordagens restauradoras menos invasivas. Isso se deve ao fato de que a necessidade de retenção, antes estritamente dependente de extensos preparos cavitários que muitas vezes exigiam maior desgaste da estrutura dentária para alcançar uma adesão efetiva, foi transformada pela nova técnica adesiva que exigiu menor desgaste do remanescente dentário [1].

E grande parte desse avanço começou com a introdução da técnica de condicionamento ácido em esmalte, feita pela Buonocore [2], que proporcionou uma melhor qualidade da união entre o material resinoso e o esmalte. A tentativa de fazer o mesmo com a dentina na época não obteve resultados satisfatórios. Além disso, havia o temor de que uma solução ácida na dentina causasse danos à polpa. Estudos de condicionamento ácido envolvendo dentina só foram retomados com [3], com a técnica de condicionamento ácido total, em esmalte e dentina. O sucesso de uma ligação efetiva depende da penetração dos monômeros através das fibras colágenas previamente expostas por condicionamento ácido e encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita na área desmineralizada da dentina, criando uma zona de resina reforçada, conhecida como leito híbrido [4].

Na odontologia restauradora atual, um dos grandes desafios é o desenvolvimento de materiais adesivos restauradores que possam promover uma ligação estável e durável ao substrato dental [5]. Em situações de perda extensa da estrutura dental, as restaurações indiretas são indicadas, com uso crescente de compósitos e cerâmicas. Além da melhoria nas propriedades mecânicas desses materiais restauradores indiretos, como o aumento da resistência ao desgaste, resistência à compressão e à flexão [6], o desenvolvimento e aprimoramento de sistemas de cimentação (agentes adesivos/cimentos resinosos) contribuiu para uma melhor aderência das restaurações indiretas à estrutura dental, promovendo maior segurança para os clínicos no momento da cimentação [7].

O uso de cerâmicas na odontologia tem se tornado cada vez mais comum devido às suas excelentes propriedades estéticas, biocompatibilidade, resistência à abrasão, longevidade e previsibilidade de resultados [8]. Todas as cerâmicas odontológicas são materiais inorgânicos compostos por óxidos contendo um ou mais elementos metálicos ou não metálicos, como

alumínio, cálcio, lítio, magnésio, fósforo, potássio, silício, sódio, titânio e zircônia [9]. Caracterizam-se por duas fases: uma fase vítrea composta por uma cadeia básica de óxido de silício ( $\text{SiO}_4$ ), que determina principalmente a estética do material, e uma fase cristalina responsável principalmente pelas propriedades mecânicas do material [10]. Portanto, entende-se que, basicamente, a composição química das cerâmicas é semelhante; O que os diferencia é o arranjo espacial tridimensional dos átomos desses componentes, ou seja, sua microestrutura.

A microestrutura de cerâmicas odontológicas influencia tanto as propriedades mecânicas e físicas quanto as propriedades ópticas. É notório que ainda não existe um sistema único ideal para todas as indicações, sendo ainda necessário que o profissional conheça bem os sistemas odontológicos disponíveis no mercado para obter o sucesso das restaurações. A fase cristalina e a translucidez são inversamente proporcionais, quanto maior a fase cristalina e menor a fase vítrea, maiores as propriedades mecânicas e menor sua estética. Por outro lado, quanto maior a translucidez, maior a fase vítrea e menor a fase cristalina e, portanto, menores suas propriedades mecânicas [11].

Em 1998, a introdução de cristais de dissilicato de lítio na estrutura das cerâmicas melhorou o sistema de cerâmicas injetadas. A adição desses cristais contribuiu para o aumento da resistência à fratura desse sistema. Os cristais de dissilicato de lítio são dispersos em uma estrutura de bloqueio que impede a propagação de trincas através de processos de absorção de energia, como deflexão, fissuração e ramificação [12]. Sistemas cerâmicos vítreos reforçados com dissilicato de lítio sofreram modificações ao longo dos anos e, conseqüentemente, propriedades melhoradas. Como exemplo: IPS Empress 2, a primeira cerâmica vítrea reforçada com cristais de dissilicato de lítio ( $\text{SiO}_2\text{-LiO}_2$ ). O IPS e.max CAD, sistema que coordena a técnica de injeção a alta temperatura e a tecnologia CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Assisted Machining), e o IPS e.max Press, sistema com melhores propriedades físicas e translucidez que os dois anteriores, com processo de produção com 2 fases cristalinas, com queima simultânea (dupla nucleação) de cristais de dissilicato de lítio e metasilicato de lítio. Esses cristais mediam aproximadamente 3-6 $\mu\text{m}$  de comprimento (Ivoclar Vivadent, 2022).

Durante muito tempo, as restaurações indiretas foram cimentadas apenas com cimentos convencionais, como fosfato de zinco ou ionômero de vidro. O desenvolvimento de materiais resinosos durante a década de 1960 permitiu o surgimento de cimentos resinosos. Como no caso do esmalte dentário, os cimentos resinosos não têm uma afinidade natural para se colar à superfície da cerâmica. Foi somente com a criação do condicionamento com ácido fluorídrico, introduzido por Horn em 1983, que a ligação direta ao esmalte usando cimento resinoso tornou-

se possível. A ação do ácido fluorídrico dissolve parte da matriz vítrea da cerâmica, criando micro irregularidades na superfície interna do material, permitindo que o cimento resinoso penetre nesses espaços microscópicos produzindo uma forte ligação [1,9].

Para conseguir uma melhor aderência entre o cimento resinoso e a superfície da cerâmica, é necessário o uso de um agente de ligação, o silano. Que é uma molécula bifuncional derivada do silício, que através de uma reação química é capaz de ligar a porção orgânica do cimento à porção inorgânica da cerâmica. O silano atua em todos os tipos de compósitos, mas não em todos os tipos de cerâmicas, é necessário ter a presença de sílica em sua composição [9]

Restaurações estéticas indiretas como *inlays*, *onlays*, laminados e coroas são agora cimentadas ao substrato dental por cimentos resinosos [6,13,14], e são procedimentos que envolvem várias etapas clínicas para o condicionamento da superfície dos espécimes protéticos, bem como do substrato dentário [15]. O uso de cimentos resinosos precisa ser associado a sistemas adesivos, sendo a técnica de aplicação um fator crítico para o sucesso do tratamento, uma conduta incorreta do operador pode levar à ocorrência de sensibilidade pós-operatória [16]

Um cimento dental ideal deve ter resistência adequada à dissolução no meio bucal, possuir propriedades mecânicas para resistir às forças transmitidas ao cimento através da restauração, resistência à tensão e compressão, e aderir à restauração e estrutura dentária mecânica e quimicamente. Deve ser biocompatível, ter altos valores de dureza e módulo de elasticidade [17]. Os cimentos resinosos são tradicionalmente utilizados em associação com sistemas adesivos [14,18,19] e podem ser classificadas em fotoativáveis, autocuráveis ou duplas (possuem componentes fotoativáveis e autocuráveis na mesma formulação química). Cada uma de suas formas de iniciação da polimerização foi desenvolvida para garantir que o cimento tenha uma polimerização efetiva mesmo em situações desfavoráveis, como, por exemplo, quando uma restauração indireta reduz consideravelmente a intensidade da luz que passa por esse material, principalmente em pinos intra-radiculares, o que poderia resultar em um baixo grau de conversão desses cimentos, afetando as propriedades mecânicas da interface de união [20,21].

Por estas razões, o desenvolvimento de cimentos resinosos de dupla ativação que além de possuírem aminas aromáticas e fotoiniciadores, como a canforoquinona para iniciar a reação de polimerização através da ativação da luz, também possuem em sua composição, aminas terciárias alifáticas peróxido de benzoíla, que geram radicais livres, permitindo que a reação de polimerização possa ocorrer mesmo na ausência de luz, ou quando não consegue passar pelo material restaurador indireto [22,23].

A grande maioria dos sistemas adesivos são fotoativados. Os sistemas fotoativados apresentarão em suas composições o sistema de aminas aromáticas e fotoiniciadores, como a canforoquinona, de modo que a reação de polimerização seja feita pela ativação da luz. Entretanto, existem algumas situações clínicas em que não é possível utilizar a luz com intensidade suficiente para iniciar a polimerização adesiva, como na cimentação de pinos pré-fabricados e algumas restaurações indiretas [23,24]. Uma polimerização menos efetiva no interior do leito híbrido resultará em uma rede polimérica com maior suscetibilidade à absorção, por lixiviar uma maior quantidade de monômeros residuais presentes em seu interior e uma menor quantidade de ligações cruzadas, necessitando assim de sistemas adesivos com ativação química ou dupla [25,26].

A cimentação de restaurações indiretas pode variar conforme o produto a ser utilizado e com a recomendação do fabricante. Alguns fabricantes preconizam a fotoativação do adesivo previamente à aplicação do cimento resinoso, considerando que o adesivo com acesso direto à exposição à luz apresentará polimerização adequada, resultando em melhores valores de resistência de união entre a peça protética e o cimento resinoso [27,28]. O resultado final depende do tipo de sistema utilizado. Camadas adesivas pré-fotoativadas criadas por sistemas de duas etapas normalmente contêm águas residuais e têm um alto teor de monômeros hidrofílicos, fornecendo uma camada adesiva com maior suscetibilidade à degradação hidrolítica em comparação com sistemas adesivos de três etapas que contêm mais monômeros hidrofóbicos e menos águas residuais [18,29].

Uma abordagem clínica desenvolvida por alguns fabricantes é a aplicação do sistema adesivo e a fotoativação não é feita antes do cimento resinoso. Adesivos duplos são aplicados nos substratos dentários, não fotoativados, interagindo com o cimento resinoso aplicado. Nesta técnica, é permitido o máximo assentamento da restauração e cria-se uma camada adesiva misturando-se o agente adesivo e o cimento resinoso [22,30]. Independentemente da técnica utilizada e de todos os avanços da odontologia adesiva, a degradação das interfaces adesivas ainda é observada. Um processo dependente do tempo que ocorre através de dois mecanismos; hidrólise de fibrilas colágenas expostas não infiltradas por monômeros e lixiviação de componentes resinosos de dentro da camada híbrida [31].

Portanto, considerando a presença de novos sistemas adesivos, este trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da fotoativação prévia ou não de diferentes sistemas adesivos na superfície de cerâmicas à base de dissilicato de lítio e seu armazenamento em meios úmidos. Utilizando um ensaio de resistência ao cisalhamento e, posteriormente, a análise das fraturas dos corpos de prova com um microscópio óptico.

## **Materiais e Métodos**

Para este estudo, foram confeccionados 420 cilindros de resina composta (Z100, 3M ESPE, EUA) nas seguintes dimensões: 2 mm de espessura e 1,2 mm de diâmetro, com auxílio de um molde de borracha. Que será polimerizado por 40 segundos utilizando o aparelho Valo (Ultradent, EUA) a  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Após a produção de todos os cilindros de resina composta, estes serão submetidos a um processo de pós-cura em autoclave ( $140^\circ\text{C}$  por 15 minutos). A autoclave a ser utilizada é uma autoclave a vapor e pressão, Classe Vitale (Cristófoli Biossegurança – Brasil), com 12 litros de capacidade e 1.200 Watts.

Também foram confeccionados no laboratório discos cerâmicos de e.max® de dissilicato de lítio IPS (Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein), com diâmetro de 15 mm e espessura de 0,5 mm, de acordo com as instruções do fabricante, totalizando 84 discos.

Cada disco cerâmico foi incluído em resina acrílica, em molde de Policloreto de Vinila (PVC). Após o tempo de pega da resina acrílica, elas serão polidas manualmente com uma lixa de carboneto de silício de 200 grãos e, em seguida, com outra lixa de 600 grãos. Todo o conjunto será lavado em água corrente após o trabalho feito com as lixas.

O condicionamento superficial dos discos cerâmicos foi feito com a aplicação de ácido fluorídrico (10%) por 20 segundos, lavado com água e depois seco com o auxílio de jatos de ar. Em seguida, o silano foi aplicado com o auxílio de uma microescova, na qual permaneceu atuando por 60 segundos e, em seguida, a superfície seca por 20 segundos com jatos de ar.

Após o condicionamento necessário, os discos cerâmicos foram separados em grupos, divididos de acordo com o adesivo que será utilizado e também de acordo com a técnica utilizada (previamente fotoativada e não fotoativada):

1. Scotch Bond MP (adesivo, passo 3) – pré-fotoativado.
2. Single Bond 2 – pré-fotoativado.
3. Scotch Bond Universal – pré-fotoativado.
4. Scotch Bond MP (adesivo, passo 3) – não fotoativado anteriormente.
5. Single Bond 2 – não fotoativado anteriormente.
6. Scotch Bond Universal – não fotoativado anteriormente.
7. Não utilização de material adesivo (condição de controle)

**Quadro 1** Materiais utilizados e composição

| <b>Material/ Fabricante</b>                            | <b>Composição</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Resina Z100/3M ESPE</b>                             | 1. Metacrilato de glicidila de bisfenol-A (Bis-GMA).<br>2. Metacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA).<br>3. Zircônia (Sílica).                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| <b>Cimento de resina dupla RelyX ULTIMATE/3M ESPE.</b> | 1. Pó de vidro (65997-17-3), superfície modificada com 2-propenóico, 2-metil-.3-(trimetoxisilil) propil (2530-85-0), material a granel. Dimetacrilato substituído. 2,4,6 (1H,3H,5H)Pirimetiona, 5-fenil-1(fenilmetil) sal de cálcio (2:1). 1,12-Dodecano dimetacrilato. ácido 2-propenóico, 2-metil-, 2-[(2hidroxietil)(3-metoxipropil)amino]éster etílico Sílica tratada com silano. P-Toluenosulfonato de Sódio Dióxido de titânio e ácido 2-propanoico, 2-metil[(3                                                                                                                                                             |
| <b>Ligação Única 2/3M ESPE</b>                         | 1. Álcool etílico, dimetacrilato de éter diglicidílico de bisfenol A (BisGMA), tratamentos de sílica, 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), copolímero de ácido acrílico e ácido itaconico, dimetacrilato de glicerol 1,3, dimetacrilato de diuretano (UDMA), água e hexafluorofosfato de difenilodônio.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
| <b>Scotch Bond Universal /3M</b>                       | 2. Ácido 2-propenóico, 2-metil-,diésteres com 4,6-dibromo-1,3-benzenodiol 2-(2hidroxietoxi)etilo 3-hidroxipropil diethers, 2-hidroxietil metacrilato, ácido 2-propenóico, 2-metil-, 1,10-decanodiol produtos da reacção com óxido de fósforo (P2O5), ácido 2-propenóico, éster 2-metil-, 3(trietoxisilil)propílico, produtos de reacção com sílica e 3-(trietoxisilil)-1-propanamina, etanol, água, sílica sintética amorfa isenta de cristalino, ÁCIDO METOLÍLICO, 3(TRIETOXISILIL)ÉSTER PROPÍLICO Cânforoquinona, Copolímero Acrílico e Ácido Itacônico, N,N-Dimetilbenzocaína e Ácido Acético, Sal de Cobre (2+) Monohidratado |
| <b>Silano / Angelus</b>                                | 3. Silano, etanol, grupo metileno, silício.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
| <b>Scotch Bond MP, Adesivo /3M ESPE</b>                | Dimetacrilato de éter diglicidílico de bisfenol A (BisGMA), 2-hidroxietil metacrilato (HEMA).                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |

Após a aplicação dos sistemas adesivos de cada grupo descrito, os cilindros de resina foram cimentados na superfície dos discos cerâmicos, nos quais foi utilizado o cimento RelyX Ultimate (3M ESPE, EUA). E após a cimentação, metade dos corpos de prova de cada grupo foram armazenados em água destilada por um período de 6 meses, a uma temperatura controlada de 37 graus em uma estufa utilizada para simular o efeito do ambiente oral úmido, sendo trocados semanalmente.

O ensaio mecânico utilizado neste estudo foi o ensaio de cisalhamento, com  $n=30$ , sendo realizado em dois momentos, primeiro 24 horas após a cimentação dos cilindros de resina composta e posteriormente 6 meses após a cimentação dos demais corpos de prova que foram armazenados em água destilada conforme descrito anteriormente. Para este tipo de ensaio utilizamos o aparelho de ensaio de cisalhamento (Odeme, Brasil) adaptado para a máquina universal de ensaios Emic 500 (Emic, São José dos Pinhais, Brasil). Registro da força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova obtidos pela máquina e posteriormente convertidos em Mega Pascal (Mpa). Testes que foram realizados por dois operadores no Laboratório de Engenharia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.

Os dados obtidos em Mpa foram então analisados com o (GraphPad USA) em função da normalidade pelo teste de Kolmogorov-Smirnov para análise de normalidade e, posteriormente, submetidos à análise de variância com 3 critérios com o teste post hoc de Tukey. A superfície da cerâmica foi inspecionada de acordo com seu padrão de fratura com lupa AxioCam Erc 5s (ZEISS, Oberkrochen, Alemanha), para determinar o tipo de fratura, classificando-a em três categorias distintas: adesiva (indicando falha na interface da resina composta), coesa (indicando falha na superfície da cerâmica) ou mista (representando falha parcialmente adesiva e coesiva). Os mistos são subdivididos em Misto A: Adesivo + Cerâmica Coesiva, Misto B: Adesivo + Cimento Coesivo Misto C: Adesivo + Resina Coesiva.



**Figura 1** Padrão de fratura dos corpos de prova

Legenda (a) falha do tipo adesivo, (b) falha do tipo coesivo e (c) falha mista.

## Resultados

Após o teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov, os dados de resistência cisalhante de 24 h e 6 meses foram submetidos à análise de variância com 3 critérios e ao teste post hoc de Tukey. A Tabela 1 mostra o resultado da análise de variância com os 3 critérios com os respectivos valores de interação entre os fatores adesivo, pré-polimerização e envelhecimento. Nesta primeira análise, não foi considerado o grupo que utilizou apenas cimento (sem adesivo).

**Tabela 1** Análise de variância 3 critérios

|                                                 | Soma das<br>Praqas | Gl  | Quadrado<br>Médio | F        | p      |
|-------------------------------------------------|--------------------|-----|-------------------|----------|--------|
| Adesivo                                         | 4809.192           | 2   | 2404.596          | 12.33819 | < .001 |
| Pré-polimerização                               | 0.764              | 1   | 0.764             | 0.00392  | 0.950  |
| Envelhecimento                                  | 67.691             | 1   | 67.691            | 0.34733  | 0.556  |
| Adesivo * Pré-polimerização                     | 480.344            | 2   | 240.172           | 1.23234  | 0.293  |
| * Adesivo de envelhecimento                     | 3369.485           | 2   | 1684.742          | 8.64456  | < .001 |
| Pré-polimerização *<br>Envelhecimento           | 4.450              | 1   | 4.450             | 0.02284  | 0.880  |
| Adesivo * Pré-polimerização *<br>Envelhecimento | 273.148            | 2   | 136.574           | 0.70077  | 0.497  |
| Desperdício                                     | 66262.776          | 340 | 194.891           |          |        |

A Tabela 2 mostra os valores de resistência ao cisalhamento no período de 24 horas e após 6 meses e se houve polimerização prévia ou não. Nele, são disponibilizados os dados dos sistemas adesivos e do método de cimentação, ou seja, se o adesivo foi ou não previamente polimerizado na superfície das cerâmicas condicionadas com ácido fosfórico.

Quando o adesivo é previamente polimerizado, dentro de 24 horas todos os adesivos são semelhantes. Após 6 meses de armazenamento, o Scotch Bond MP apresenta os maiores valores de resistência adesiva (37,63 MPa). É importante ressaltar que não há diferenças significativas entre os grupos entre os sistemas adesivos.

Por outro lado, na condição em que o adesivo não foi polimerizado, foram detectadas diferenças estatísticas no período de 24 horas, pois o Single Bond 2 (35,78 MPa) foi estatisticamente diferente do Scotchbond MP (25,53 MPa). Single Bond Universal (27,89 MPa) não foi diferente desses dois adesivos. Quando o envelhecimento ocorre, as diferenças mudam. Scotch Bond MP (37,74 MPa) obteve os melhores valores, estatisticamente diferentes do Single Bond Universal (27,89 MPa). Há aumento da resistência de união deste adesivo após o tempo de armazenamento (25,53 MPa a 37,74 MPa), em nenhum outro adesivo houve redução ou aumento da resistência ao cisalhamento. Esse grupo de adesivo não polimerizado e Scotch Bond MP (período de 24 horas) foi menor e estatisticamente significativo que seu equivalente presente na condição de adesivo previamente polimerizado, porém, em ambos, após o envelhecimento, não foram observados como diferentes após a análise de Tukey.

**Tabela 2** Valores de resistência (MPa) e desvio padrão ( ) da colagem dos grupos que apresentaram polimerização prévia do adesivo ou não polimerização do adesivo

|                                 |                 | Scotch Bond<br>MP  | Vínculo<br>Único 2 | Ligação Única<br>Universal |
|---------------------------------|-----------------|--------------------|--------------------|----------------------------|
| <b>Adesivo pré-polimerizado</b> | <b>24 horas</b> | 30.96 (14.41) *    | 32.07 (13.30)      | 27.25 (10.00)              |
|                                 | <b>6 meses</b>  | (19.59) 37,63 A    | 31.02 (12,70) B    | 23.59 (14,11) B            |
| <b>Adesivo não polimerizado</b> | <b>24 horas</b> | 25.53 (9,76) ** Bb | 35.78 (16,31) A    | 27.89 (11,89) ABa          |
|                                 | <b>6 meses</b>  | 37.74 (16.37)      | 33.27 (14,67) AB   | 21.70 (10,98) Bb           |

Teste de Tukey aplicado após análise de variância 3 critérios. Quando presentes, letras maiúsculas diferentes em uma linha indicam diferenças estatisticamente significativas pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Quando presentes, letras minúsculas diferentes na coluna indicam diferenças estatisticamente significativas pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) apenas dentro da categoria de adesivo previamente polimerizado ou não polimerizado. A presença de \* indica a presença de diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,05$ ).

A Tabela 3 mostra os valores de resistência ao cisalhamento dos grupos de sistemas adesivos em relação ao grupo controle nos tempos de envelhecimento de 24 horas e 6 meses com a técnica prévia de polimerização do adesivo. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p > 0,05$ ), exceto por 6 meses ( $p = 0,0063$ ), com diferença estatisticamente significativa entre Scotch Bond MP e controle.

**Tabela 3** Valores de resistência (MPa) e desvio padrão ( ) de colagem dos grupos que apresentaram polimerização prévia do adesivo em relação ao grupo controle

|                 | Controle       | Scotch Bond<br>MP | Vínculo<br>Único 2 | Ligação Única<br>Universal | p-valor |
|-----------------|----------------|-------------------|--------------------|----------------------------|---------|
| <b>24 horas</b> | 28.83 (13.83)  | 30.96 (14.41)     | 32.07 (13.30)      | 27.25 (10.00)              | 0.5205  |
| <b>6 meses</b>  | 27.82 (14,05)A | 37.63 (19,59)B    | 31.02 (12,70)A     | 23.59 (14.11)A             | 0.0063  |

Teste de Dunnet aplicado após análise de variância critério 1. Quando presentes, letras maiúsculas diferentes em uma linha indicam diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ). A diferença considerada é apenas em relação ao grupo controle.

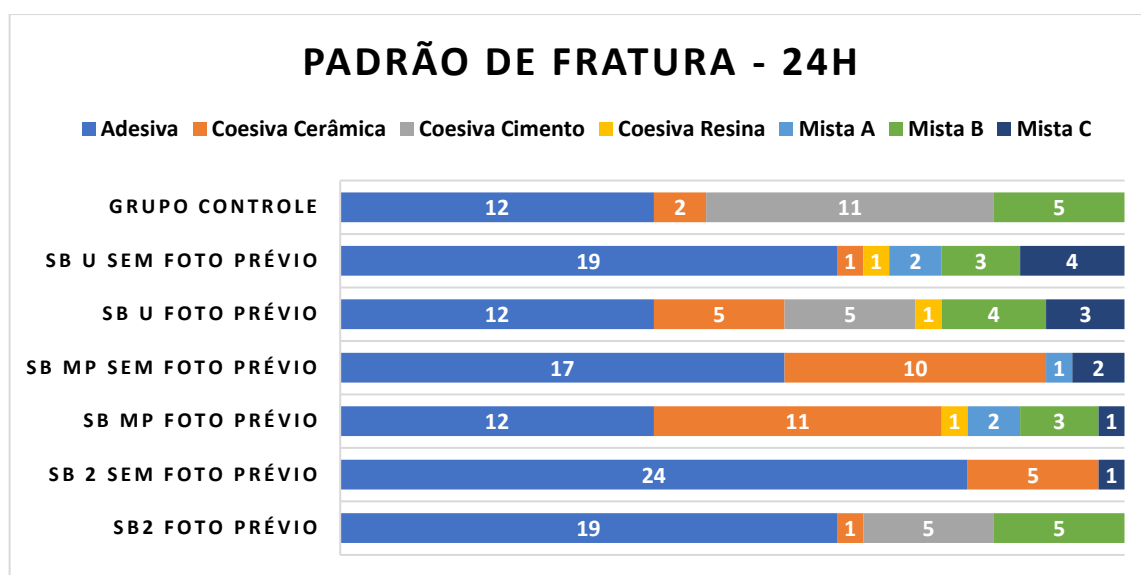
A Tabela 4 mostra os valores de resistência ao cisalhamento dos grupos de sistemas adesivos em relação ao grupo controle, porém sem polimerização prévia. Foram observadas diferenças estatisticamente significativas para os grupos de 24 horas e 6 meses ( $p = 0,0214$  e  $p = 0,0004$ , respectivamente). Em 24 horas, entretanto, não houve diferença entre nenhum grupo de tratamento e o grupo controle. Aos 6 meses, o grupo Scotch Bond MP foi superior ao grupo controle. Em ambas as técnicas de cimentação, o adesivo Scotch Bond MP foi superior ao grupo controle após 6 meses de armazenamento.

**Tabela 4** Valores de resistência (MPa) e desvio padrão ( ) de colagem dos grupos que não apresentaram polimerização prévia do adesivo

|                 | Controle       | Scotch Bond MP | Vínculo Único 2 | Ligação Única Universal | p-valor |
|-----------------|----------------|----------------|-----------------|-------------------------|---------|
| <b>24 horas</b> | 28.83 (13.83)  | 25.53 (9.76)   | 35.78 (16.31)   | 27.89 (11.89)           | 0.0214  |
| <b>6 meses</b>  | 27.82 (14,05)A | 37.74 (16,37)B | 33.27 (14,67)A  | 21,70 (10,98)A          | 0.0004  |

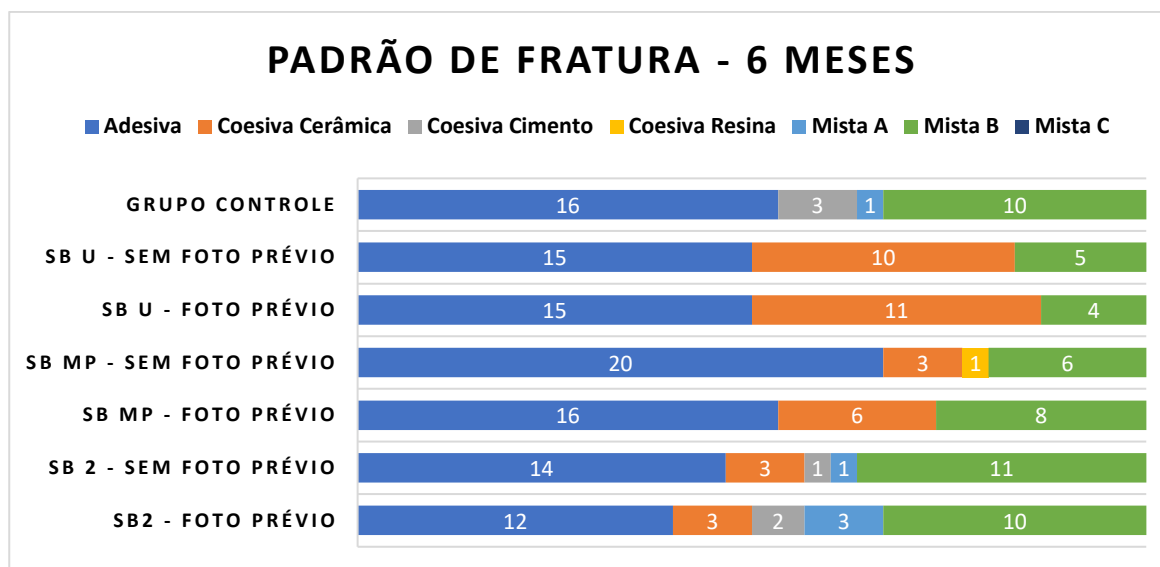
Teste de Dunnet aplicado após análise de variância critério 1. Quando presentes, letras maiúsculas diferentes em uma linha indicam diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ). A diferença considerada é apenas em relação ao grupo controle.

As figuras 2 e 3 mostram os padrões de fratura encontrados. O grupo controle (sem adesivo) também foi considerado. Após 6 meses, o padrão B misto (falha adesiva + cimento coesivo) tornou-se mais frequente em todos os grupos e o padrão de fratura de cimento coesivo diminuiu em frequência.



**Figura 2** Padrões de fratura após testes de endurance de 24 horas

Misto A: Adesivo + Coesiva Cerâmica, Misto B: Adesivo + Cimento Misto Coesivo C: Adesivo + Resina Coesiva.



**Figure 3** Fracture patterns after resistance tests at 6 months

Misto A: Adesivo + Coesiva Cerâmica, Misto B: Adesivo + Coesivo Cimento, Misto C: Adesivo + Resina Coesiva.

## Discussão

As cerâmicas em odontologia têm uma longa história de uso, inicialmente limitada clinicamente e contando com ligas metálicas para restaurações indiretas. Com o reforço de óxidos metálicos, restaurações cerâmicas livres de metais surgiram como alternativa, oferecendo alta estética, estabilidade de cor, biocompatibilidade e baixa condutividade térmica [32-34].

Antes da década de 1980, as restaurações cerâmicas indiretas enfrentavam problemas de infiltração marginal devido à falta de sistemas adesivos eficazes. Com os avanços, mais cerâmicas cristalinas têm sido desenvolvidas, especialmente aquelas reforçadas por dissilicato de lítio, equilibrando resistência mecânica e translucidez [35,36].

A adesão da cerâmica ao dente e ao cimentante é crucial para o sucesso clínico de uma restauração indireta com esse tipo de material. A modificação da superfície cerâmica, utilizando ácido fluorídrico e silano, melhora a interação com o agente cimentante [1, 37-39]. Com a evolução dos agentes cimentantes e dos sistemas adesivos, há uma variabilidade de protocolos, principalmente em relação à polimerização adesiva. O fluxo adequado do cimentante em microirregularidades ainda é desafiador, e a fotoativação ou não de uma fina camada de adesivo pode ser considerada para melhorar esse aspecto [40-42].

A espessura da linha de cimentação é crítica no comportamento das cerâmicas. Linhas acima de 300 µm diminuem a resistência à fratura, e uma fenda marginal ótima entre 100 e 120

um minimiza os problemas causados pela dissolução do cimento em ambiente bucal úmido [43-45].

Neste estudo, foi possível observar alguns fatores em relação ao comportamento dos sistemas adesivos utilizados quando variamos a técnica utilizada, bem como o fator envelhecimento. Observando os dados de resistência ao cisalhamento após 24 horas e 6 meses, mostrados na tabela 2, observou-se que Scotch Bond MP apresentou os maiores valores de resistência após 6 meses de armazenamento, independentemente da polimerização prévia. Sugerindo que este adesivo pode apresentar maior resistência à degradação em relação aos demais sistemas adesivos utilizados, que diminuíram estatisticamente seus valores de resistência de união ou permaneceram semelhantes. E possivelmente foram criadas condições para polimerização adicional ao longo do tempo, como sugerido em alguns estudos já realizados, demonstrando que 75% da polimerização de resinas compostas ocorre nos primeiros 10 minutos após a exposição à luz, continuando nas 24 horas seguintes, podendo continuar por até 168 horas [46]. Esse fato é reforçado por Ciccone-Nogueira, considerando que a polimerização continua após a cessação da exposição à luz, fenômeno denominado polimerização no escuro [47].

Quando o adesivo foi previamente polimerizado, os resultados mostraram que todos os adesivos apresentaram resistência ao cisalhamento semelhante após 24 horas. No entanto, após 6 meses, o Scotch Bond MP ainda se destacou com os maiores valores de resistência. Por outro lado, quando o adesivo não foi polimerizado previamente, diferenças estatísticas foram observadas após 24 horas entre os adesivos, com Single Bond 2 apresentando resistência significativamente maior em relação ao Scotch Bond MP. No entanto, após 6 meses, o Scotch Bond MP novamente apresentou os maiores valores de resistência.

A comparação com o grupo controle indicou que Scotch Bond MP foi significativamente superior ao controle em ambos os casos, com e sem polimerização prévia, após 6 meses de armazenamento. Além disso, o grupo sem polimerização prévia apresentou diferença significativa em relação ao grupo controle após 6 meses, enquanto após 24 horas, não houve diferença significativa.

Em relação aos padrões de fratura observados, após 6 meses, houve aumento na frequência do padrão B misto (falha do adesivo + cimento coesivo). Isso sugere que o desempenho das juntas pode mudar ao longo do tempo devido a fatores como a degradação do material em um ambiente úmido. E tanto nos testes após 24 horas quanto após 6 meses, as falhas adesivas foram mais frequentes.

Em síntese, os resultados destacam a importância da escolha do sistema adesivo e da técnica utilizada. Scotch Bond MP provou ser uma escolha mais sólida do que os outros adesivos testados, especialmente após um longo período de armazenamento. Enquanto a polimerização prévia do adesivo pode influenciar as propriedades imediatas da ligação, mas não parece ter um impacto significativo após o envelhecimento. Esses achados podem auxiliar os profissionais da área na seleção adequada de materiais e técnicas para garantir uma adesão duradoura.

## **Conclusão**

Dentro das limitações do estudo, foi possível concluir que: (1) Para a técnica que utiliza o adesivo previamente polimerizado, nas primeiras 24 horas de cimentação, todos os adesivos foram semelhantes. Após 6 meses, Scotch Bond MP apresentou os maiores valores de resistência ao cisalhamento entre os adesivos testados. O armazenamento não determinou alterações nos valores de resistência ao cisalhamento de cada material. (2) Para a técnica adesiva não polimerizada, nas primeiras 24 horas Single Bond 2 é o adesivo que apresenta os melhores valores de aderência. Após 6 meses de armazenamento, a qualidade da colagem foi mantida para Single Bond 2 e melhorada com Scotch Bond MP, enquanto o adesivo Universal apresentou queda nos valores. (3) Não há diferenças entre as técnicas utilizadas no uso dos adesivos utilizados no estudo, com exceção do Scotch Bond MP de 24 horas, cujo valor de resistência ao cisalhamento foi melhor para o adesivo previamente polimerizado. (4) Em comparação com a condição controle, a adesão é melhorada se o adesivo Scotch Bond MP for usado. (5) Falhas adesivas foram frequentes em todos os grupos nos dois momentos do estudo. Após 6 meses de envelhecimento artificial, o padrão B misto tornou-se mais frequente em todos os grupos e o padrão de fratura coesiva no cimento foi menos frequente.

## Referências

- [1] Van Noort R, Barbour M. (2014) Introduction to dental materials-e-book. Elsevier Health Sciences.
- [2] Buonocore MG (1955) A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 34:849-53. doi: 10.1177/00220345550340060801.
- [3] Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M (1979) Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res.* 58:1364-70. doi: 10.1177/00220345790580041101.
- [4] Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E (1982) The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 16:265-73. doi: 10.1002/jbm.820160307.
- [5] Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H (2000) The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. *Dent Mater.* 16:406-11. doi: 10.1016/s0109-5641(00)00035-x.
- [6] Manhart J, Chen H, Hamm G, Hickel R (2004) Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Oper Dent.* 29:481-508.
- [7] Sjögren G, Molin M, van Dijken J, Bergman M (1995) Ceramic inlays (Cerec) cemented with either a dual-cured or a chemically cured composite resin luting agent A 2-year clinical study. *Acta Odontol Scand.* 53:325-30. doi: 10.3109/00016359509005995.
- [8] Fradeani M, Redemagni M, Corrado M (2005) Porcelain laminate veneers: 6-to 12-year clinical evaluation--a retrospective study. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 25:9-17.
- [9] Anusavice KJ, Shen C, Rawals HR (2013) Phillips materiais dentários. 12. ed. Rio de Janeiro: Elsevier.
- [10] Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH (2008) Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica.* 54:319-325.
- [11] Valle AL, Martins LM, Chidiak-Tawil R, Pimentel GHD, Rodrigues MGS, Ramos MB, Lorenzoni FC (2010) Sistemas cerâmicos atuais: revisão de literatura. *Rev. Dental Press Estét.* 7:106-17.
- [12] Schweiger M, Frank M, Cramer Von Clausbr S, Holand W, Rheinberger V (1999) Microstructure and properties of a composite system for dental applications composed of

glass-ceramics in the SiO<sub>2</sub>–Li<sub>2</sub>O–ZrO<sub>2</sub>–P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> system and ZrO<sub>2</sub>-ceramic (TZP). *J Mater Sci.* 34:4563-4572.

- [13] Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G (2000) Porcelain veneers: a review of the literature. *J Dent.* 28:163-77. doi: 10.1016/s0300-5712(99)00066-4.
- [14] Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M (2007) Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater.* 23:71-80. doi: 10.1016/j.dental.2005.12.002.
- [15] Escribano N, de la Macorra JC (2006) Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. *J Adhes Dent.* 8:337-41.
- [16] Mak YF, Lai SC, Cheung GS, Chan AW, Tay FR, Pashley DH (2002) Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. *Dent Mater.* 18:609-21. doi: 10.1016/s0109-5641(02)00005-2.
- [17] Pegoraro TA, da Silva NRFA, Carvalho RM (2007) Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am.* 51:453-71, x. doi: 10.1016/j.cden.2007.02.003.
- [18] De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G (2003) Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res.* 82:136-40. doi: 10.1177/154405910308200212.
- [19] Reich SM, Wichmann M, Frankenberger R, Zajc D (2005) Effect of surface treatment on the shear bond strength of three resin cements to a machinable feldspathic ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 74:740-6. doi: 10.1002/jbm.b.30292.
- [20] Rasetto FH, Driscoll CF, Prestipino V, Masri R, von Fraunhofer JA (2004) Light transmission through all-ceramic dental materials: a pilot study. *J Prosthet Dent.* 91:441-6. doi: 10.1016/S0022391304001106.
- [21] Versluis A, Tantbirojn D, Pintado MR, De Long R, Douglas WH (2004) Residual shrinkage stress distributions in molars after composite restoration. *Dent Mater.* 20:554-64. doi: 10.1016/j.dental.2003.05.007.
- [22] Arrais CAG, Giannini M, Rueggeberg FA (2009) Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation. *J Dent.* 37:219-27. doi: 10.1016/j.jdent.2008.11.016.
- [23] Arrais CA, Kasaz Ade C, Albino LG, Rodrigues JA, Reis AF (2010) Effect of curing mode on the hardness of dual-cured composite resin core build-up materials. *Braz Oral Res.* 24:245-9. doi: 10.1590/s1806-83242010000200019.

- [24] Reis AF, Giannini M, Pereira PNR (2007) Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin–dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater.* 23:1164-72. doi: 10.1016/j.dental.2006.10.006.
- [25] Liu X, Li H, Li J, Lu P, Fok AS (2011) An acoustic emission study on interfacial debonding in composite restorations. *Dent Mater.* 27:934-41. doi: 10.1016/j.dental.2011.05.008.
- [26] Breschi L, Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, Tay FR, Di Lenarda R. (2007) Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater.* 23:1066-72. doi: 10.1016/j.dental.2006.06.040.
- [27] McCabe JF, Rusby S (1994) Dentine bonding--the effect of pre-curing the bonding resin. *Br Dent J.* 176:333-6. doi: 10.1038/sj.bdj.4808447.
- [28] Platt JA (1999) Resin cements: into the 21st century. *Compend Contin Educ Dent.* 20:1173-6, 1178, 1180-2; quiz 1184.
- [29] Tanaka J, Ishikawa K, Yatani H, Yamashita A, Suzuki K (1999) Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. *Dent Mater J.* 18:11-8. doi: 10.4012/dmj.18.11.
- [30] De Menezes MJL, Arrais CAG, Giannini M (2006) Influence of light-activated and auto- and dual-polymerizing adhesive systems on bond strength of indirect composite resin to dentin. *J Prosthet Dent.* 96:115-21. doi: 10.1016/j.prosdent.2006.06.003.
- [31] Armstrong SR, Jessop JL, Vargas MA, Zou Y, Qian F, Campbell JA, Pashley DH (2006) Effects of exogenous collagenase and cholesterol esterase on the durability of the resin-dentin bond. *J Adhes Dent.* 8:151-60.
- [32] Pieger S, Salman A, Bidra AS (2014) Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 112:22-30. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.01.005.
- [33] Lühns AK, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B (2014) Composite cements benefit from light-curing. *Dent Mater.* 30:292-301. doi: 10.1016/j.dental.2013.11.012.
- [34] Toman M, Toksavu S (2015) Clinical evaluation of 121 lithium disilicate all-ceramic crowns up to 9 years. *Quintessence Int.* 46:189-97. doi: 10.3290/j.qi.a33267.
- [35] Taskonak B, Sertgöz A (2006) Two-year clinical evaluation of lithia-disilicate-based all-ceramic crowns and fixed partial dentures. *Dent Mater.* 22:1008-13. doi: 10.1016/j.dental.2005.11.028.

- [36] Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO (2015) Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Oper Dent.* 40:372-8. doi: 10.2341/14-116-L.
- [37] Horn HR (1983) Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. *Dent Clin North Am.* 27:671-84.
- [38] Simonsen RJ (1983) Tensile bond strength of etched porcelain. *J Dent Res.* 62:297.
- [39] Calamia JR (1983) Etched porcelain facial veneers: a new treatment modality based on scientific and clinical evidence. *N Y J Dent.* 53:255-9.
- [40] ALGhazali N, Laukner J, Burnside G, Jarad FD, Smith PW, Preston AJ (2010) 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.* 38:e78-86. doi: 10.1016/j.jdent.2010.08.013.
- [41] Lühns AK, Pongprueksa P, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B (2014) Curing mode affects bond strength of adhesively luted composite CAD/CAM restorations to dentin. *Dent Mater.* 30:281-91. doi: 10.1016/j.dental.2013.11.016.
- [42] Zahra VN, Abate PF, Macchi RL (2008) Film thickness of resin cements used with adhesive systems. *Acta Odontol Latinoam.* 21:29-33.
- [43] May LG, Kelly JR, Bottino MA, Hill T (2012) Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. *Dent Mater.* 28:e99-109. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.033.
- [44] Scherrer SS, de Rijk WG, Belser UC, Meyer JM (1994) Effect of cement film thickness on the fracture resistance of a machinable glass-ceramic. *Dent Mater.* 10:172-7. doi: 10.1016/0109-5641(94)90028-0.
- [45] Akin A, Toksavul S, Toman M (2015) Clinical marginal and internal adaptation of maxillary anterior single all-ceramic crowns and 2-year randomized controlled clinical trial. *J Prosthodont.* 24:345-50. doi: 10.1111/jopr.12217.
- [46] Marghalani HY (2010) Post-Irradiation vickers microhardness development of novel resin composites. *Mater Res.* 13:81-87.
- [47] Ciccone-Nogueira JC, Borsatto MC, de Souza-Zaroni WC, Ramos RP, Palma Dibb RG (2007) Microhardness of composite resins at different depths varying the post-irradiation time. *J Appl Oral Sci.* 15:305-9. doi: 10.1590/S1678-77572007000400012.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As considerações em relação à polimerização do adesivo trouxeram à tona desafios significativos relacionados ao escoamento do agente cimentante em micro irregularidades de uma cerâmica previamente condicionada com ácido fluorídrico. A proposta de aplicar uma fina camada de adesivo, com a opção de fotoativação, emerge como uma estratégia para aprimorar essa interação.

Mediante o presente estudo realizado, foram analisados diferentes sistemas adesivos perante ao seu protocolo de cimentação de corpos de prova em uma superfície de uma cerâmica previamente condicionada, no qual foi variado entre polimerização prévia ou não dos sistemas adesivos e também o efeito do envelhecimento em meio úmido de todos os grupos testados.

A necessidade continua de testes e personalização nos protocolos de cimentação e adesão é necessária, reconhecendo que a busca pela excelência na adesão e resistência é um caminho dinâmico e em constante evolução na prática odontológica contemporânea.

## REFERÊNCIAS

ANUSAVICE, K.J.; SHEN, C.; RAWALS, H.R. **Phillips materiais dentários**. 13.ed. Rio de Janeiro: GEN Guanabara-Koogan, 2013. 440 p.

ARMSTRONG, S. R. *et al.* Effects of exogenous collagenase and cholesterol esterase on the durability of the resin-dentin bond. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 8, n. 3, p. 151-160, June 2006.

ARRAIS, C. A. G.; GIANNINI, M.; RUEGGEBERG, F. A. Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation. **Journal of Dentistry**, v. 37, n. 3, p. 219-227, 2009.

ARRAIS, C. A. G. *et al.* Effect of curing mode on the hardness of dual-cured composite resin core build-up materials. **Brazilian Oral Research**, v. 24, n. 2, p. 245-249, Apr./June 2010.

BRESCHI, L. *et al.* Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. **Dental Materials**, v. 23, n. 9, p. 1066-1072, Sept. 2007.

BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **Journal of Dental Research**, v. 34, n. 6, p. 849-853, Dec. 1955.

DE MENEZES, M. J. L.; ARRAIS, C. A. G.; GIANNINI, M. Influence of light-activated and auto-and dual-polymerizing adhesive systems on bond strength of indirect composite resin to dentin. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 96, n. 2, p. 115-121, Aug. 2006.

DE MUNCK, J. *et al.* Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. **Journal of Dental Research**, v. 82, n. 2, p. 136-140, Feb. 2003.

ESCRIBANO, N.; DE LA MACORRA, J. C. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 8, n. 5, p. 337, Oct. 2006.

FRADEANI, M.; REDEMAGNI, M.; CORRADO, M. Porcelain laminate veneers: 6-to 12-year clinical evaluation--a retrospective study. **The International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry**, v. 25, n. 1, p. 9-17, Feb. 2005.

FUSAYAMA, T. *et al.* Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **Journal of Dental Research**, v. 58, n. 4, p. 1364-1370, Apr. 1979.

GOMES, E. A. *et al.* Cerâmicas odontológicas: o estado atual. **Cerâmicas odontológicas: o estado atual**, v. 54, n. 331, p. 319-325, set. 2008.

- HASHIMOTO, M. *et al.* The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. **Dental Materials**, v. 16, n. 6, p. 406-411, Nov. 2000.
- HIKITA, K. *et al.* Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. **Dental Materials**, v. 23, n. 1, p. 71-80, Jan. 2007.
- HORN, H. R. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. **Dental Clinics of North America**, v. 27, n. 4, p. 671-684, Oct. 1983.
- LIU, X. *et al.* An acoustic emission study on interfacial debonding in composite restorations. **Dental Materials**, v. 27, n. 9, p. 934-941, Sept. 2011.
- MAK, Y. F. *et al.* Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. **Dental Materials**, v. 18, n. 8, p. 609-621, Dec. 2002.
- MANHART, J. *et al.* Buonocore Memorial Lecture. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. **Operative Dentistry**, v. 29, n. 5, p. 481-508, Sept./Oct. 2004.
- McCABE, J. F.; RUSBY, S. Dentine bonding--the effect of pre-curing the bonding resin. **British Dental Journal**, v. 176, n. 9, p. 333-336, May 1994.
- NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 16, n. 3, p. 265-273, May 1982.
- PEGORARO, T. A.; DA SILVA, N. R. F. A.; CARVALHO, R. M. Cements for use in esthetic dentistry. **Dental Clinics of North America**, v. 51, n. 2, p. 453-471, Apr. 2007.
- PEUMANS, M. *et al.* Porcelain veneers: a review of the literature. **Journal of dentistry**, v. 28, n. 3, p. 163-177, Mar. 2000.
- PLATT, J. A. Resin cements: into the 21st century. **Compendium of Continuing Education in Dentistry (Jamesburg, NJ: 1995)**, v. 20, n. 12, p. 1173-6, 1178, 1180, Dec. 1999.
- RASETTO, F. H. *et al.* Light transmission through all-ceramic dental materials: a pilot study. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 91, n. 5, p. 441-446, May 2004.
- REICH, S. M. *et al.* Effect of surface treatment on the shear bond strength of three resin cements to a machinable feldspathic ceramic. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v. 74, n. 2, p. 740-746, Aug. 2005.
- REIS, A. F.; GIANNINI, M.; PEREIRA, P. N. R. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. **Dental Materials**, v. 23, n. 9, p. 1164-1172, Sept. 2007.

SCHERRER, S. S. *et al.* Effect of cement film thickness on the fracture resistance of a machinable glass-ceramic. **Dental Materials**, v. 10, n. 3, p. 172-177, May 1994.

SCHWEIGER, M. *et al.* Microstructure and properties of a composite system for dental applications composed of glass-ceramics in the SiO<sub>2</sub>-Li<sub>2</sub>O-ZrO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> system and ZrO<sub>2</sub>-ceramic (TZP). **Journal of Materials Science**, v. 34, n. 18, p. 4563-4572, Sept. 1999.

SJÖGREN, G. *et al.* Ceramic inlays (Cerec) cemented with either a dual-cured or a chemically cured composite resin luting agent A 2-year clinical study. **Acta Odontologica Scandinavica**, v. 53, n. 5, p. 325-330, Oct. 1995.

TANAKA, J. *et al.* Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. **Dental Materials Journal**, v. 18, n. 1, p. 11-18, Mar. 1999.

VALLE, A. L. *et al.* Sistemas cerâmicos atuais: revisão de literatura. **Revista Dental Press Estética**, v. 7, n.1, p. 106-117, jan./mar. 2010.

VAN NOORT, R.; BARBOUR, M. **Introduction to dental materials-e-book**. Amsterdã: Elsevier Health Sciences, 2014.

VERSLUIS, A. *et al.* Residual shrinkage stress distributions in molars after composite restoration. **Dental Materials**, v. 20, n. 6, p. 554-564, July 2004.