

FLÁVIO SANTOS TAVARES

DEVEM AS PORCELANAS SEREM RE-SILANIZADAS  
APÓS A CONTAMINAÇÃO?

BRASÍLIA

2015

FLÁVIO SANTOS TAVARES

DEVEM AS PORCELANAS SEREM RE-SILANIZADAS  
APÓS A CONTAMINAÇÃO?

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciências da Saúde no Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Patrícia N. R. Pereira

BRASÍLIA  
2015

FLÁVIO SANTOS TAVARES

DEVEM AS PORCELANAS SEREM RE-SILANIZADAS  
APÓS A CONTAMINAÇÃO?

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciências da Saúde no Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Aprovado em 10 de Julho de 2015.

Banca Examinadora

---

Prof. Dr<sup>a</sup>. Patrícia Nóbrega Rodrigues Pereira

Universidade de Brasília

---

Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert

Universidade de Brasília

---

Prof. Dr<sup>a</sup>. Fernanda Cristina Pimentel Garcia

Universidade de Brasília

À minha querida esposa Fernanda que esteve ao meu lado em todos os momentos inclusive nas madrugadas,

À nossa filha Marina que apesar dos 6 anos apreendeu a compreender e respeitar este momento, espero que este também seja uma influência na sua formação educacional.

Aos meus pais que me apoiaram com carinho, respeito e amor.  
Aos meus irmãos, cunhadas e sobrinhos.

Especialmente à Deus

...dedico este trabalho!

## AGRADECIMENTOS

À minha orientadora professora Patrícia Pereira por permitir nosso convívio acadêmico e profissional apesar das suas atribuições como docente, mãe e esposa. Agradeço por cada orientação dada, emails e mensagens respondidos a qualquer hora ou dia, sem se incomodar com fins de semana ou feriados. Admirada pela paciência, pela delicadeza ao chamar a atenção pelas coisas erradas, presteza e conhecimento. Você é exemplo de humildade, espelho de dedicação na vida acadêmica.

Ao professor Leandro Hilgert pelas orientações na metodologia e análise estatística. Por me atender entre os compromissos de aula, pela dedicação ao ensino acadêmico de qualidade e atenção dada sempre que foi solicitada.

À professora Ana Paula Dias Ribeiro pelas orientações, maneira sempre solícita de atender e apoio material na sala da Dentística.

À professora Fernanda Garcia pelo espaço que conferiu nos seus compromissos.

À graduanda Patrícia Magno dos Santos Matias pela ajuda em fins de semana, em horários não convencionais e em todas as outras vezes que foi solicitada, obrigado pelas horas de laboratório, pela contribuição, desejo muito sucesso para você!

Ao departamento de engenharia mecânica da UnB e a professora Palloma Murtelle pela solicitude ao permitir agendamentos e a utilização dos equipamentos de MEV. Aos amigos da engenharia mecânica do laboratório de ensaios mecânicos e fadiga dos materiais Miguel Garcia, Mauricio, João, Marcus e Volker.

À secretaria de pós graduação em ciências da saúde e a Universidade de Brasília.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de agentes contaminantes, técnica de descontaminação e re-aplicação de silano na resistência de união ao microcisalhamento em cerâmicas vítreas e vítreas modificadas. As hipóteses nulas testadas foram os contaminantes e descontaminantes e a aplicação de nova camada de silano não influenciam na resistência de união do cimento resinoso. Quarenta e dois blocos de cerâmica feldspática (SIR), e quarenta e dois blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (EMX) foram divididos em 14 grupos para o experimento. Os blocos foram subdivididos em subgrupos, de acordo com o agente contaminante (sangue ou saliva), com o agente descontaminante (ácido fosfórico [E], álcool [A], ou água [W]), e re-aplicação do silano (sim [S] ou não [N]). A limpeza/descontaminação foi realizada ao esfregar ácido fosfórico (E), álcool (A) ou água (W) ativamente por 1 minuto com micropinceis. Após a descontaminação, foi aplicada nova camada de silano em metade das amostras. As seguintes combinações de cerâmica, contaminação, limpeza e re-silanização foram escolhidas: Para cada tipo de cerâmica (SIR ou EMX); 6 blocos sem contaminação ou re-silanização (controle); 18 blocos para cada contaminante (sangue ou saliva) sendo que, destes 6 blocos para cada descontaminante (E; A; W) e somente metade dos grupos descontaminados foram re-silanizados. Todas as amostras foram testadas com microcisalhamento utilizando máquina de ensaios (Bisco shear Bond Tester) a velocidade de 0,5 mm/min e os valores da média e desvios padrões de resistência de união foram calculados. Os testes estatísticos usados foram: ANOVA-três critérios para cada tipo de cerâmica para testar a influência das variáveis dependentes (contaminante, limpeza e re-silanização), e ANOVA-um critério foi usado para cada tipo de cerâmica e contaminante para testar as combinações de limpeza e re-silanização. Os testes de *post hoc* foram realizados pelo teste de Tukey. Em todas as análises a significância foi de 5% ( $\alpha=5\%$ ). Após o teste de microcisalhamento, para as cerâmicas SIR os valores variaram de 11,5 MPa à

14,4 MPa e para as cerâmicas EMX variaram de 12,1 MPa à 18,3MPa. As análises de ANOVA-três critérios para cerâmica SIR demonstram que não houve diferença estatisticamente significativa ( $p>0,05$ ) entre as variáveis independentes (contaminante, limpeza e re-silanização) e os valores de resistência de união; na cerâmica EMX a análise de ANOVA-três critérios demonstrou que as variáveis independentes contaminante ( $p<0,001$ ) e limpeza ( $p=0,029$ ) foram estatisticamente significativas e a re-silanização não o foi ( $p=0,073$ ). ANOVA-um critério para cerâmica SIR revelou que não houve diferença estatisticamente significativa entre controle, métodos de limpeza e re-silanização para contaminação com sangue ( $p=0,160$ ) e saliva ( $p=0,862$ ) e para cerâmica EMX, o teste revelou para o contaminante sangue diferenças estatisticamente significantes entre as combinações de limpeza (A e E) sem re-silanização ( $p<0,05$ ) e o controle, para o contaminante saliva diferença estatisticamente significativa para a combinação de limpeza com E sem re-silanização ( $p<0,05$ ). A contaminação com sangue influenciou negativamente os valores de resistência de união ao microcisalhamento para as cerâmicas EMX. Os métodos de limpeza propostos recuperaram os valores de resistência de união ao microcisalhamento para as cerâmicas testadas. A re-aplicação de nova camada de silano não influenciou os valores de resistência de união.

Palavras-chave:cerâmicas vítreas; contaminação; cimentação adesiva; silano.

## ABSTRACT

This study evaluated the effect of blood and saliva contamination of the ceramic surfaces after hydrofluoric etching and silanation, and the effect of decontamination and re-silanation. Forty-two feldspathic ceramic blocks (SIR) and forty two lithium disilicate ceramic blocks (EMX) were obtained from CAD/CAM cuts and divided into 14 groups. For each ceramic two contaminants (blood or saliva) were tested. Decontamination was performed by rubbing the contaminated surface with alcohol (A), phosphoric acid (E) or water (W) by means of a microbrush. After the decontamination, half of the specimens were re-silanated . The following combinations of ceramic, contaminations, cleaning and re-silanation were performed: for each type of ceramic (SIR or EMX) 6 blocks did not receive any contamination or re-silanation (control); 18 blocks were contaminated with blood or saliva. Of these 18 blocks, 6 blocks were either decontaminated with acid, ethanol, or water (A, E, W). Then, half of the decontaminated groups were re-silanated. All the specimens were submitted to microshear test using the Bisco Shear Bond Tester (0.5mm/min). The means and standard deviations of shear bond strength were calculated in MPa. The values of each group were compared by three way analysis of variance (ANOVA), for which the contamination, cleaning and re-silanation were the three variables. The one-way ANOVA and *post hoc* Tukey tests were performed to each ceramic and contamination to test the combination of cleaning and re-silanation. All the analyses were performed with the value of statistical significance set at 5% ( $\alpha=0,05$ ). After debonding, the mean bond strength values for SIR ceramic were 11,5 MPa to 14,4 MPa and for EMX ceramic were 12,1 MPa to 18,3 MPa. The three-way ANOVA showed that for SIR there was no statistical significant difference ( $p>0,05$ ) among the variables (contaminant, cleaning and re-silanation) and mean shear bond strength. For EMX the three-way ANOVA showed that the independent variables contaminant



( $p < 0,001$ ) and cleaning ( $p = 0,029$ ) were statistically significant while not for re-silanation ( $p = 0,073$ ). One-way ANOVA to ceramic SIR showed no statistically significant difference among control, cleaning and re-silanation for the contamination with blood ( $p = 0,160$ ) and saliva ( $p = 0,862$ ). For EMX, the contaminant blood showed statistically significant difference between the combinations of cleaning (A e E), no re-silanation ( $p < 0,05$ ) and the control. For the contaminant saliva, the combinations of cleaning with E and not re-silanation ( $p < 0,05$ ) were statistically significant different.

Key Words: glass ceramics, contaminated, adhesive luting, silane

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Preparação dos blocos cerâmicos _____	32
Figura 2- Blocos cerâmicos (EMX e SIR) inseridos em resina autopolimerizável e polidos _____	33
Figura 3- Aplicação do condicionamento ácido para cerâmica e de silano, o cilindro de amido alinhado com a fita dupla face _____	34
Figura 4- Fita posicionada no bloco cerâmica SIR (grupo controle) e fotopolimerização dos cilindros de cimento resinoso com a proteção sequencial por alumínio _____	35
Figura 5- Máquina de microcisalhamento da Bisco _____	38
Figura 6- Remoção dos tubos de amido e preparação para o teste _____	39
Figura 7- Blocos cerâmicos com os cilindros de resina prontos para o teste _____	39
Figura 8- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) _____	40
Figura 9- Médias dos valores de resistência de união da cerâmica do grupo EMX, valores em MPa em cada subgrupos. _____	42
Figura 10- Médias dos valores de resistência de união da cerâmica do grupo SIR, valores em MPa em cada subgrupos. _____	44
Figura 11- Padrões de fratura cerâmica SIR _____	46
Figura 12- Padrões de fratura cerâmica EMX _____	46
Figura 13- Fotomicrografia- Bloco EMX-Subgrupo controle _____	47
Figura 14- EDX da figura 13 _____	48
Figura 15- Fotomicrografia - Bloco SIR+Sa+E+S+Ad _____	49
Figura 16- Fotomicrografia- Bloco SIR+BL+A+S+Ad _____	50
Figura 17- EDX da figura 16 _____	51
Figura 18- Fotomicrografias- Bloco EMX+BL+A+S+Ad _____	52
Figura 19- Fotomicrografias- Bloco EMX+BL+A+Ad _____	53
Figura 20- Fotomicrografias- Bloco SIR- subgrupo controle _____	54



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Materiais usados no estudo	32
Tabela 2- Resistência de união ao microcisalhamento para a cerâmica EMX	43
Tabela 3: Resistência de união ao microcisalhamento para a cerâmica SIR	45

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

- A - descontaminante álcool
- Ad- adesivo dentinário
- Adh - Área da adesão
- BL - contaminante sangue
- C - Cimento resinoso
- Ce - Cerâmica
- CAD/CAM - Computer aid design/ Computer aid manufacture
- EDX - Espectroscopia de raios X por dispersão de energia
- EMX - Cerâmica de dissilicato de lítio
- W - Descontaminante água
- LED - Diodo emissor de luz
- mm<sup>2</sup> - milímetros quadrados
- mW/cm<sup>2</sup> - Miliwatts por centímetro quadrado
- MEV - Microscópio Eletrônico de Varredura
- MPa - Mega pascal
- N - Newton
- PVC - Tubos de plástico
- S - Agente de ligação silano
- Sa - contaminante saliva
- SIR - Sirona ® Cerec Blocs® - Cerâmica Feldspática
- °C - Grau Celsius
- XPS - Espectroscopia fotoeletrônica de raios X

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	16
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	19
2.1 CLASSIFICAÇÃO DAS CERÂMICAS .....	19
2.1.1 As Cerâmicas Vítreas.....	19
2.1.2 As Cerâmicas Vítreas Com Reforço Na Microestrutura.....	20
2.1.3 As Cerâmicas Policristalinas.....	21
2.2 CIMENTAÇÃO ADESIVA.....	22
2.2.1 Influência Da Contaminação Biológica E Dos Agentes De Descontaminação Na Cimentação Adesiva .....	25
2.2.2 Teste Mecânico Para Análise Da Resistência De União Da Interface Cimento/Cerâmica.....	27
<b>3 OBJETIVOS</b> .....	30
3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	30
3.2 TESTE DE HIPÓTESES .....	30
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	31
4.1 PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES .....	31
4.1.1 Obtenção dos Blocos Cerâmicos.....	31
4.1.2 Preparação das Superfícies Cerâmicas .....	33
4.1.3 Confecção dos Cilindros de Resina.....	35
4.1.4 Divisão dos Grupos e Subgrupos.....	36
4.1.4.1 Subgrupo Controle.....	36
4.1.4.2 Subgrupos Experimentais .....	37
4.2 TESTE MECÂNICO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO.....	38
4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	40
4.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	41
4.5 ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA.....	41
<b>5 RESULTADOS</b> .....	42
5.1 TESTE MECÂNICO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO.....	42
5.1.1 Cerâmica EMX.....	42
5.1.2 Cerâmica SIR.....	44
5.1.3 Análise do Padrão de Fratura.....	45
5.2 ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	47
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	56

<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	60
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	61
<b>APÊNDICE A- COMPROVANTE DO ARTIGO SUBMETIDO</b> .....	68

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são materiais amplamente usados em todo o mundo com características estéticas e óticas que mimetizam os dentes naturais, são biocompatíveis e de diferentes composições químicas. Historicamente, os objetos em porcelana e as técnicas de fabricação foram desenvolvidas pelos chineses para uso doméstico e decorativo e datam do século X. Somente em 1717 os europeus descobriram a composição da porcelana chinesa que era rígida e branca e diferente do que se conhecia na época para esses produtos em outros lugares do mundo. A porcelana chinesa era composta dos seguintes componentes básicos: caulim (argila chinesa), feldspato (misturas de silicatos de sódio, potássio e alumínio) e sílica (quartzo)(1). Os europeus desenvolveram uma porcelana fina ao adicionar óxidos de cálcio e a queima destes compostos eram realizados em fornos de alta temperatura. As características das cerâmicas de hoje ainda dependem em parte do uso dos feldspatos. Em 1774, o químico francês Alex Duchateau e o cirurgião-dentista Nicholas Dubois de Chemant começaram a desenvolver a técnica para uso das cerâmicas na odontologia. Em 1808, um dentista parisiense, Giuseppangelo Fonzi, fundiu cerâmicas de feldspato em forma de dentes com pinos de platina em seu interior (na época a platina não era usada em joalheria), mas como a platina possui um ponto de fusão superior ao da cerâmica, esta concedeu apoio à porcelana no processo de fundição. A inovação possibilitou o manuseio e a fabricação de dentes artificiais com a criação de próteses parciais, reparos e melhoria na qualidade estética e aumento da resistência da porcelana. As cerâmicas odontológicas tiveram grande avanço ao incorporar leucita na composição que é um silicato natural de alumínio e potássio, mineral do grupo dos felspatóides que não tem capacidade de formar feldspatos mas possuem cor branca e foram incorporados a cerâmica para melhorar as características estéticas (1).

Atualmente, as cerâmicas feldspáticas podem ser reforçadas por cristais de leucita dispersos em fase vítrea que conferem resistência mecânica e estética. Outra variedade de cerâmicas odontológicas são as com alto conteúdo cristalino de dissilicato de lítio e pequena quantidade de cristais de ortofosfato de lítio, que promovem maior resistência mecânica com boa capacidade estética (2).



Os tipos de cerâmicas vítreas mais usados atualmente apresentam cristais de sílica na estrutura e são baseadas em leucita ou dissilicato de lítio, essas permitem a formação de microporosidades superficiais pela ação corrosiva do ácido hidrofluorídrico (2). Ao adicionar a aplicação do agente de ligação silano, para formar pontes siloxanas, possibilitam a interação química com o cimento resinoso e melhoram significativamente a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica tratada (3,5-6). Assim, a cimentação adesiva das cerâmicas permitem a união entre os cimentos resinosos e as estruturas dentais (esmalte e dentina) também condicionadas por agentes adesivos (3). Esta técnica é importante pois tornou possível preparos com finalidade protética com mínimo desgaste e a consequente preservação das estruturas naturais. Comparativamente, a cimentação adesiva é como uma técnica de "sandwich" onde o cimento resinoso está no centro, a interface formada pela cerâmica mais agente de ligação silano mais adesivo está externamente e de um lado, e a interface adesiva e a estrutura dental estão do outro lado(7). O sucesso das restaurações cerâmicas dependem da eficiência das ligações químicas das interfaces mencionadas (6,8).

Os aspectos como cor do remanescente dental, forma da restauração e estética pretendida orientam os preparos protéticos e o desenho depende da solução planejada. Em algumas situações os limites dos preparos para restaurações cerâmicas podem estar distante das margens gengivais, entretanto frequentemente os preparos necessitam que as margens de cimentação das cerâmicas sejam colocadas na região subgengival para obtenção do melhor resultado estético e funcional. Durante o procedimento de cimentação, com limites marginais cervicais subgengivais não permitem o uso de barreiras físicas de isolamento com finalidade de evitar a contaminação dos preparos e das cerâmicas no momento da cimentação adesiva, e estas técnicas são sensíveis à contaminação podendo influenciar na redução da longevidade da restauração (9-15).

As restaurações cerâmicas são tradicionalmente fabricadas em modelos de gesso obtidos de moldagens realizadas por silicones de adição, os laboratórios de prótese dentária podem utilizar diferentes técnicas para confecção das restaurações, e as principais formas usadas são a do refratário, da cera perdida em alta temperatura e pressão e a técnica conhecida pela abreviatura de origem na língua inglesa CAD/CAM (computer aid design/ computer aid manufacture). Esta última

representa a tecnologia que realiza os desenhos das restaurações em programa de computador específico e que orienta a fabricação das mesmas operando uma máquina fresadora especializada para uso odontológico, este desenvolvimento tecnológico permite uma redução importante de tempo para confecção de restaurações indiretas e um maior controle por parte do laboratório de prótese dentária na qualidade final das restaurações principalmente nas adaptações marginais (16,17). Novas máquinas de fresagens desenvolvidas para essa tecnologia possuem mesa operadora com cinco pontas de desgaste de pequeno diâmetro e tem apresentado os melhores resultados nas formas finais das restaurações inclusive nas adaptações nas margens do preparo. Desta forma, o uso desta tecnologia tem aumentado na rotina clínica odontológica (18).

Consideraremos que a contaminação com sangue ou saliva pode ocorrer durante o atendimento clínico na sessão de prova das cerâmicas. Pois previamente à cimentação, existe a necessidade de conferência da adaptação das margens do preparo protético, pontos de contato interproximais e ajuste oclusal. Muitos laboratórios de prótese dentária e alguns dentistas tem como rotina condicionar a face interna da restauração com o ácido hidrófluorídrico e aplicar o agente de união silano previamente à essa sessão. Desta forma, ao fazer os testes citados a contaminação antes da aplicação do adesivo e cimento resinoso é uma possibilidade (12,14).

A ocorrência de contaminação na superfície interna da cerâmica previamente condicionada e silanizada, é uma realidade clínica e desta forma é necessário avaliar: métodos de contaminação, descontaminação, a re-aplicação do agente de ligação silano e as implicações na qualidade da cimentação adesiva.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 CLASSIFICAÇÃO DAS CERÂMICAS

As cerâmicas odontológicas são classificadas de acordo com sua microestrutura e podem ser divididas em três grupos. O primeiro grupo é o das cerâmicas vítreas, o segundo grupo é o das cerâmicas vítreas que agregam partículas de reforço na microestrutura e o terceiro grupo o das cerâmicas policristalinas (1,20-22). A técnica de cimentação adesiva ocorre com as cerâmicas vítreas pois possibilitam a ligação química e física com os cimentos resinosos.

#### 2.1.1 As Cerâmicas Vítreas

Frequentemente são chamadas apenas de feldspáticas (apesar de todos os tipos de cerâmicas terem feldspatos em sua microestrutura) por apresentar alta concentração do mineral chamado feldspato e agregados de sílica ( $\text{SiO}_2$ ), o ponto de fusão é mais baixo que os demais tipos de cerâmicas e por esse motivo são também conhecidas como cerâmicas de baixa fusão. Possuem alta qualidade estética, boa translucidez e versatilidade de cores e assim as melhores condições de mimetizar as qualidades óticas dos dentes naturais, porém essas cerâmicas possuem a menor resistência mecânica se comparadas com os outros dois tipos. Também são usadas como revestimento de infraestruturas metálicas e não-metálicas (1). As formas mais usuais para fabricação são diretamente em revestimentos refratários (7) e por tecnologia CAD/CAM, com finalidade cimentação adesiva e indicadas para confecção de facetas, "inlays" e "onlays". Historicamente, outra maneira de confecção das restaurações usando esse material é pela técnica da lâmina de platina mas poucos laboratórios ainda a empregam (20,30-31).

### 2.1.2 As Cerâmicas Vítreas Com Reforço Na Microestrutura

São caracterizadas pelo aumento na resistência mecânica, pelo controle de opacidade e opalescência e a versatilidade nos processos de fabricação. Estes grupos de cerâmicas foram modificadas ao incorporar na microestrutura partículas de carga de leucita, ou cristais de dissilicato de lítio (ou alumina, ou alumina + zircônia). Ao incorporar partículas de leucita (de 17 a 25%) na composição básica o coeficiente de expansão térmico das cerâmicas e das ligas metálicas odontológicas foram compatibilizada o que possibilitou a queima das cerâmicas sobre infraestruturas metálicas. Com o acréscimo de alumina ( $Al_2O_3$ ) produziu duas fases tridimensionais interpenetradas, sendo uma delas a vítrea e a outra alumina com de aumento da resistência mecânica e opacidade. Com a incorporação na matriz vítrea de alta concentração de cristais de dissilicato de lítio e de cristais de ortofosfato de lítio em menor quantidade, houve um grande aumento na resistência mecânica desse grupo e uma mudança importante na técnica de confecção das restaurações por essas cerâmicas modificadas. Essa configuração possibilitou o uso da técnica da cera perdida, em alta temperatura e pressão, para fabricação das restaurações indiretas o que representou mais praticidade na rotina dos laboratórios de prótese dentária (20-22). Os aumentos de resistência mecânica também possibilitaram a estabilização da microestrutura e assim outra técnica de fabricação das restaurações pode ser desenvolvida, o sistema de processamento computadorizado CAD/CAM que representa uma revolução tecnológica importante (16-18,23). Um estudo clínico demonstrou uma sobrevida das próteses fixas de 100% em cinco anos de acompanhamento quando confeccionadas em dissilicato de lítio com a técnica da estrutura monolítica, e com 87,9% de sucesso (apresentando falhas do tipo lascamento e fraturas totais) no período avaliado por dez anos. Estes resultados foram considerados pelos autores favoráveis a tecnologia e ao material, desde que respeitada as orientações do fabricante, em comparação feita com as próteses fixas convencionais metalo-cerâmica pois as taxas de sobrevida mostraram semelhança e com vantagens estéticas e de preservação da estrutura dental (24).

### 2.1.3 As Cerâmicas Policristalinas

Este grupo de cerâmicas não possui componentes vítreos na microestrutura. Por apresentarem cadeias moleculares densamente organizadas são os tipos de cerâmicas com maior resistência mecânica dificultando a propagação de trincas. As do tipo vítreas são atômica e desorganizadas e conseqüentemente mais frágeis. Os tipos mais comuns de cerâmicas policristalinas são as aluminas densamente sinterizadas e as de zircônio estabilizado por ítrio, ou cério, ou magnésio ou alumínio (25). O biomaterial zircônia, na estrutura de dióxido de zircônio, pode ser encontrado em diferentes formas e quimicamente caracterizado por apresentar seus cristais organizados de três maneiras: Cúbica onde apresenta estabilização somente em temperaturas acima 2.370°C e com razoáveis características mecânicas, tetragonal que é estável entre as temperaturas de 1.170 à 2.370°C com boas propriedades mecânicas e a fase chamada de monoclinica que é estabilizada desde a temperatura ambiente até 1.170°C porém com baixa resistência mecânica (26). Quando estabilizadas por ítrio a zircônia apresenta melhor organização estrutural e maior resistência mecânica, possibilitando o processamento e a fabricação pela tecnologia CAD/CAM. Desta forma, as infraestruturas podem ser mais delgadas e indicada para a confecção de próteses fixas totalmente em cerâmica para reabilitar áreas na região posterior. Nas regiões anteriores estas técnicas monolíticas não são adequadas pois as cerâmicas policristalinas são opacas e atualmente não conferem os melhores resultados estéticos comparativamente às cerâmicas vítreas (20,27-29).

## 2.2 CIMENTAÇÃO ADESIVA

As cerâmicas vítreas e vítreas reforçadas com micropartículas podem sofrer modificações na morfologia da superfície interna pela ação corrosiva de ácidos ou ação abrasiva por microjateamento, promovendo microrugosidades e microretenções mecânica que aumenta a resistência de união adesiva do cimento resinoso à própria cerâmica. Essa característica é exclusiva das cerâmicas baseadas em sílica. As do tipo policristalinas não podem ser condicionadas o que impede que a técnica de cimentação adesiva possa ser usada com efetividade. A forma densa e organizada das moléculas e principalmente a ausência de cristais vítreos (sílica) impedem a alteração da morfologia superficial. Entretanto, superfícies modificadas das cerâmicas policristalinas principalmente de zircônia, tem sido desenvolvidas por jateamento e incorporação triboquímica de sílica e/ou modificação de rugosidade superficial durante o processo de fabricação objetivando a cimentação adesiva (15,26,48,57). O condicionamento da superfície interna da cerâmica vítrea promove microrugosidades de diferentes padrões dependendo do tipo de técnica e material usados. Diversos trabalhos na literatura compararam os materiais desenvolvidos para condicionamento das superfícies cerâmicas e os melhores resultados encontrados foram os realizados com o ácido hidrofúorídrico nas concentrações que variam entre 5-10%(19-20,33). O ácido hidrofúorídrico dissolve a matriz vítrea expondo cristais de sílica o que promove a microretenção mecânica aumentando a área de superfície que entrará em contato com o agente de ligação silano e adesivo dentinário. A composição da cerâmica, o tempo de exposição ao ácido, a viscosidade e a tensão superficial do produto exercem influência no contato entre a superfície e a ação corrosiva do ácido e determina o padrão da microretenção. Quanto maior a concentração do ácido e o tempo de aplicação maior degradação da superfície interna da cerâmica o que pode provocar micro-trincas. A propagação dessas trincas pode diminuir, embora não significativamente, a resistência flexural da cerâmica e leva a um baixo risco de falha da cerâmica super condicionada. Entretanto, o manuseio do ácido necessita de cuidados especiais pois sua toxicidade oferece riscos à equipe odontológica e ao paciente (30,32-33).

O agente de ligação silano promove uma união química forte entre a superfície condicionada pela ação do ácido hidrofúorídrico aplicado nas cerâmicas vítreas e o cimento resinoso. A interação química do agente de ligação silano ocorre através das moléculas organofuncionais ( $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxissilano) e de um lado os substratos inorgânicos da fase vítrea (sílica) da cerâmica e de outro lado os polímeros orgânicos (metacrilatos) do cimento resinoso, formando as chamadas pontes siloxanas. Em 2002, Hooshmand et al. (6) avaliou a aplicação do silano na cerâmica e mostrou que o uso proporciona molhabilidade superior e assim os grupos metacrilatos do adesivo podem reagir com os grupos metacrilatos do cimento. O silano deve ser aplicado ativamente com micropincel e secado com jatos de ar livres de óleo para evaporação dos solventes (36). O tratamento térmico adicional, da camada de silano, com calor em forno a 100°C por dois minutos ou ar quente de secador de cabelo para potencializar a reação química tem sido discutido na literatura (37-38). A eficiência do silano na adesão da cerâmica ao cimento resinoso tem motivado diversos trabalhos científicos com a intenção de buscar alternativas a aplicação do condicionamento com o ácido hidrofúorídrico devido a sua toxicidade. Fórmulas modificadas de compostos de silano tem sido testadas na intenção evitar o uso do ácido (36,39). Entretanto, atualmente os melhores resultados de resistência de união na interface de cimento adesivo/cerâmica ocorre com associação do uso do ácido hidrofúorídrico e a aplicação do silano (3-4,6).

Os cimentos resinosos são basicamente resinas compostas fluídas de baixa viscosidade e baixo peso molecular, possuem menor quantidade de carga inorgânica quando comparados as resinas restauradoras. A matriz orgânica resinosa contém normalmente Bis-GMA (bisfenol A-metacrilato de glicidila), UDMA (uretano dimetacrilato) ou TEG-DMA (triétileno glicol dimetacrilato) que são monômeros resinosos. A parte inorgânica possui partículas de sílica tratadas com silano, de tamanhos que variam de 0,04 $\mu$ m à 2,4 $\mu$ m e classificam os cimentos em híbridos, microhíbridos ou microparticulados sendo que a maioria dos cimentos disponíveis atualmente são do tipo híbrido. Os cimentos resinosos também podem ser classificados pelo sistema de ativação em: quimicamente ativados, fotoativados e de ativação dupla ou dual. Os quimicamente ativados são disponibilizados em duas pastas, sendo que uma delas contém o iniciador (peróxido de benzóila) e a outra o ativador (amina terciária), a reação é conhecida com base-catalisador. São

indicados quando não é possível a fotopolimerização por motivo da grande espessura das restaurações cerâmicas ou quando a infraestrutura é opaca e impede a passagem de luz. Os cimentos resinosos fotoativados possuem moléculas sensíveis à luz, a reação química acontece através da absorção da energia luminosa pelo fotoativador (canforoquinona) e entre as aminas que então formam radicais livres que iniciam a polimerização. Como não possuem ativador químico o tempo de trabalho é controlado pelo operador ao acionar a unidade de fotopolimerização, essa característica favorece o assentamento da restauração e a remoção dos excessos de cimento. Indicados para cimentação de facetas, inlays e onlays com espessuras que permitam a passagem de luz para polimerização. Os cimentos resinosos de dupla ativação ou dual foram desenvolvidos para conciliar as vantagens dos quimicamente ativados, ou seja o alto grau de conversão das cadeias poliméricas e as vantagens dos fotoativados que é o bom tempo de trabalho para assegurar a adaptação da restauração indireta. São indicados para uso onde o cimento exclusivamente fotoativado não é favorável. O grau de conversão desses cimentos tem sido discutido na literatura pois somente uma parte da reação alcança a polimerização química necessitando da luz para completar a reação (40).

Os cimentos resinosos são utilizados em associação com sistemas adesivos que se ligam efetivamente a estrutura dentária e a outros tipos de materiais. Os cimentos resinosos conferem uma resistência de união muito superior ao serem comparados com outros tipos de agentes cimentantes convencionais (fosfato de zinco, policarboxilato e ionômero de vidro)(40).



### **2.2.1 Influência da Contaminação Biológica e dos Agentes de Descontaminação na Cimentação Adesiva**

O sucesso a longo prazo das cimentações adesivas depende dos cuidados com a técnica pois esta é sensível aos passos que a normatiza exercendo influência na efetividade da adesão dos cimentos resinosos. O condicionamento com ácido hidrofluorídrico e silanização das cerâmicas em algumas vezes são realizadas pelo técnico de laboratório de prótese dentária antes do envio para o dentista ou no consultório antes do atendimento ao paciente para prova e checagem da adaptação e assentamento das restaurações indiretas. Essa prática se justifica para gerenciamento de tempo no atendimento clínico da sessão de cimentação. Entretanto a contaminação com fluídos biológicos pode ocorrer. Os contaminantes mais testados na literatura são sangue e saliva. Após a remoção das restaurações provisórias algum sangramento gengival pode acontecer. O controle da contaminação por sangue e por saliva com o emprego de isolamento com dique de borracha não é possível em todas as situações pois a configuração dos preparos com finalidade protética (margens subgengivais) e principalmente nos dentes posteriores em pacientes com grande fluxo salivar podem levar a contaminação das superfícies tratadas ao menos durante os testes de ajustes de adaptação das margens da restauração. Na maior parte das vezes a técnica usada é o isolamento relativo com rolos de algodão (9-15,43-45).

Em 2009, Park et al. (15) demonstrou a influência dos contaminantes e métodos de limpeza na resistência de união dos cimentos resinosos à superfícies de zircônia modificada usando teste de cisalhamento. Na metodologia usada a contaminação foi por sangue, saliva e gesso pedra. A contaminação por sangue e saliva simulam os testes de adaptação da restauração no atendimento ao paciente previamente a cimentação. A contaminação por gesso pode ocorrer no laboratório de prótese dentária antes do envio da restauração ao dentista e após o condicionamento ácido e silanização. O processo de limpeza dos grupos contaminados por gesso pedra foi realizado no laboratório ao levar a restauração para queima em forno cerâmico à 910°C por 1 hora e então, banho ultrassônico em álcool à 96% por 3 minutos. A

limpeza dos grupos contaminados com sangue e saliva foram feitas ao aplicar ácido fosfórico 35% (Ultra-etch, Ultradent, USA) por 60 segundos e ao lavar com jato de água por 30 segundos. Foram obtidas imagens micrográficas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e análise de espectroscopia fotoeletrônica de raios-X (XPS) de todos os espécimes a fim de relacionar os componentes químicos encontrados e a efetividade dos métodos de contaminação e posterior limpeza na superfície cerâmica. Foram confeccionados os cilindros de resina composta (TPH 3, Dentsply, USA) com diâmetro interno de 3mm e altura de 2,9 mm e cimentados aos discos de cerâmica após a aplicação do agente de ligação silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, USA) com cimento resinoso de presa dual (Rely X ARC, 3M ESPE, USA). Os espécimes foram imersos em água destilada por 3 dias em temperatura ambiente e metade foi submetido imediatamente ao teste de cisalhamento. Os demais receberam o teste de termociclagem após 90 dias, e então o cisalhamento. A análise microestrutural mostrou a presença de contaminantes na superfície da zircônia modificada, nos grupos contaminados com sangue uma camada de proteínas cobria todas as microporosidades da superfície cerâmica e os contaminados com saliva produziram biofilme que ocluía parcialmente as microporosidades. A aplicação do álcool à 35% em banho ultrassônico não foi efetiva como descontaminante. A aplicação do ácido fosfórico 35% removeu quase completamente os contaminantes biológicos entretanto deixando resíduos de fósforo. Os testes de envelhecimento por termociclagem + cisalhamento e somente cisalhamento mostraram valores de resistência de união semelhantes e que não houveram diferenças significantes entre os grupos testes e controle. Foram encontrados diferenças nos valores em MPa reduzidos apenas nos grupos teste contaminados com sangue e saliva, descontaminado com ácido fosfórico, envelhecido com termociclagem e submetido ao cisalhamento. Os autores esclareceram que apesar do XPS mostrar que o ácido fosfórico ter sido efetivo para remover os contaminantes este pode alterar energia superficial da cerâmica tratada e assim diminuir a capacidade adesiva dos materiais usados. As conclusões foram que os contaminantes e os descontaminantes não afetaram o teste de resistência de união ao cisalhamento.

Em 2012, Nikolaus et al. (11) testou a resistência de união do cimento resinoso à cerâmica vítrea após a contaminação com saliva. Na metodologia o grupo

controle foi sem contaminação, e os grupos testes foram: contaminados com saliva e a descontaminação com o emprego de jatos de água apenas por 10 segundos; jatos de água por 10 segundos mais a aplicação de nova camada do agente de ligação silano; jatos de água por 10 segundos e a limpeza com álcool por 30 segundos; jatos de água por 10 segundos e limpeza com álcool por 30 segundos mais a aplicação de nova camada do silano. Foram realizados testes de resistência à tração em metade dos espécimens após 24 horas imersos em solução de Ringer e a segunda metade permaneceu na solução de por 150 dias e então o teste mecânico foi realizado. Os resultados mostraram que a limpeza com a água produziu resistência de união com valores diminuídos quando comparados aos do grupo controle, a limpeza com a água mais álcool resultaram em resistência de união confiável com valores em MPa aproximados ao grupo controle, entretanto, quando a segunda camada de silano foi aplicada os valores em MPa foram aumentados tanto para o grupo descontaminado com água quanto para o descontaminado com água mais álcool. Os autores concluíram que somente a limpeza com jatos de água não é suficiente para conseguir uma resistência de união confiável mas a limpeza com água mais álcool resultaram em resistência de união favorável. Com a aplicação da segunda camada de silano, após a descontaminação com água e/ou álcool, a resistência de união obteve resultados melhores que a do grupo controle.

### 2.3 TESTE MECÂNICO PARA DETERMINAR A RESISTÊNCIA DE UNIÃO DOS CIMENTOS RESINOSOS

Historicamente os pesquisadores se preocupam em testar a efetividade de materiais odontológicos desenvolvidos para reconstrução dentária ou com necessidade de alterações morfológicas. Na rápida evolução dos materiais dentários a dificuldade de avaliar uma técnica ou material com trabalhos clínicos se relacionam com a seleção adequada das situações clínicas, aprovação no comitê de ética das universidades, nível de perda dos pacientes no período de tempo para

reavaliação e acompanhamento com a rapidez dos lançamentos dos novos produtos pela indústria odontológica. Assim, quando um trabalho clínico está delineado e em andamento, e se as variáveis forem controladas, uma pesquisa que avalia uma técnica poderá ser de grande valor científico. Entretanto, na intenção de testar o comportamento e sobrevida de um material/produto este provavelmente estará fora de produção e ter sido substituído por outro mais “moderno” antes do fim do período de acompanhamento dos pacientes. Os limites da ética em pesquisa impedem que testes de resistência, durabilidade e fatores complicadores da técnica possam ser empregados em trabalhos clínicos com o argumento de oferecer um risco considerável ao paciente. Dessa forma, os testes laboratoriais são justificados pela rapidez, agilidade e a possibilidade de reproduzir situações clínicas mas com o desafio para os pesquisadores de conseguir com que os testes e métodos *in vitro* possam ser fiéis ao que pode acontecer *in vivo*. Existe considerações na literatura que um teste laboratorial tem variáveis que influenciam os resultados e assim possam ser questionados (46-48).

Os métodos laboratoriais para avaliação da resistência de união dos materiais adesivos e restauradores mais usados são teste de resistência a tração e o teste de cisalhamento. Estudos recentes levantaram suspeitas sobre a efetividade destes “macro” testes pois a área da “descolagem” na região da adesão resultava em superfícies de volume considerado alto (variando de 7 à 28 mm<sup>2</sup>) e a distribuição do estresse de força no momento do teste acontecia de forma não homogênea e assim o maior número de fraturas coesivas poderiam acontecer. Para minimizar estas possibilidades de falhas não desejadas na área da “descolagem” dos espécimens tiveram o volume reduzido para menos que 2mm<sup>2</sup>, o que diminuiria as chances de fraturas coesivas e as possibilidades de falhas estariam concentradas na área da adesão (49). Desta forma, os testes passaram ser considerados “micro” tração e “micro” cisalhamento e no mesmo corpo de prova mais de uma amostra pode ser construída devido as menores dimensões. Com os testes chamados de “micro” a relação entre a área de adesão e resistência de união ganharam maior atenção, pois quanto maior os valores de força e menores as áreas envolvidas poderemos considerar que mais eficiente é a adesão (49-51).

Desde o desenvolvimento da técnica de microcisalhamento a maior parte dos autores tem usado os tubos plástico de Tygon para fabricar os cilindros para o teste

(9,52-55). Entretanto, em 2013 Tedesco et al. propôs um material alternativo que é um tubo de massa alimentícia de amido que não interfere na qualidade da adesão, nas propriedades das resinas e adesivos usados para construção das amostras. Os tubos de Tygon podem interferir nos valores da força registrados no teste pois a composição do material (polietileno) dificulta sua remoção antes do teste submetendo a amostra a algum esforço. Os autores relataram maior facilidade para inserir a resina no interior dos tubos de amido ao comparar com os de polietileno. Os tubos de amido ficam amolecidos após a imersão na água destilada o que facilita sua remoção sem provocar esforços ao cilindro de resina diminuindo as falhas antes do teste, e ainda, eles são mais permeáveis que os de polietileno e assim facilitam a sorção de água para melhor reproduzir as condições *in vivo*. O diâmetro interno do tubo de amido é padronizado e o classifica para os testes em "microcisalhamento" (< 2mm<sup>2</sup>), com variação não significativa (56).

### 3 OBJETIVOS

#### 3.1 OBJETIVO ESPECÍFICOS

Avaliar o efeito dos contaminantes (sangue e saliva), a eficiência dos descontaminantes (água, ácido fosfórico 35% e álcool) bem como a influência da reaplicação do agente de ligação silano após a descontaminação; com o teste mecânico de resistência de união por microcisalhamento aplicado na interface dos cilindros de cimento resinoso e blocos de cerâmicas vítreas de dois tipos (feldspáticas e de dissilicato de lítio).

#### 3.2 TESTE DE HIPÓTESES

As hipóteses nulas testadas foram:

1. A aplicação dos contaminantes e descontaminantes não influenciarão na resistência de união do cimento resinoso às cerâmicas vítreas.
2. A reaplicação do agente de ligação silano após a descontaminação não influenciará na resistência de união do cimento resinoso.

## **4. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **4.1 PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES**

#### **4.1.1 Obtenção dos Blocos Cerâmicos**

Foram usados blocos de cerâmicas de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, lote N61365, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e feldspáticas (Sirona Cerec Blocs, lote 37510, VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) para uso em sistema CAD/CAM (computer aid design/ computer aid manufacture). Estes materiais foram cortados com dimensões de 4 x 12 x 15 milímetros para as cerâmicas de dissilicato de lítio (EMX) e 3 x 10 x 12 milímetros para as cerâmicas Sirona (SIR), utilizando máquina de corte com disco diamantado em baixa velocidade com irrigação para que não ocorresse aquecimento (Micromet Evolution, Lapmaster-Wolters, Illinois, USA). Para adaptação na máquina de corte os suportes metálicos dos blocos cerâmicos foram inseridos em resina acrílica autopolimerizável (Jet Clássico, São Paulo, SP, Brasil) tendo como base um tubo de plástico (PVC) de 20 milímetros de diâmetro. Os cortes foram realizados com uma velocidade de 200 rotações por minuto. Os blocos obtidos de EMX exclusivamente, foram levados para queima em forno para cerâmicas à uma temperatura de 850°C por 20 minutos no vácuo (Programat® P300, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) pois, no momento do corte, esses ainda se encontravam em estado de cristalização intermediária (de acordo com orientação do manual do fabricante).

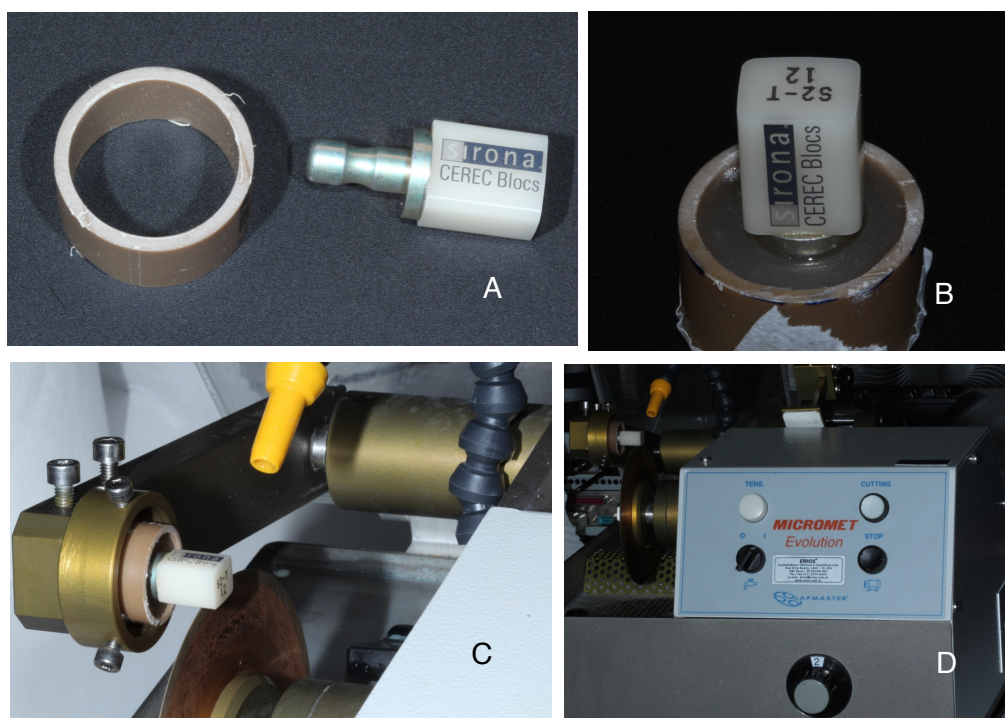


Figura 1: Preparo das amostras. A: Bloco de cerâmica para CAD/CAM. B: Suporte metálico do bloco cerâmico inserido em tubo de PVC e embebido em resina acrílica. C: Posicionamento do bloco de cerâmica e delimitação da espessura. D: Máquina em operação.

Tabela 1: Materiais usados no estudo.

Material	Fabricante	Número do lote	Composição química
IPS e.Max CAD	Ivoclar Vivadent	N61365	SiO <sub>2</sub> , Li <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Sirona Cerec blocs	Sirona Dental	37510	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O
Adper Schotbond Multi-purpose	3M	N629246	Bis-GMA, HEMA, aminas terciárias, fotoiniciadores
Ácido Hidrofluorídrico	Dentsply	REZ07	HF 10%
Rely X Ceramic primer	3M	N470024	Álcool etílico, água, Methacryloxypropyltrim ethoxysilane
Variolink II Base A3	Ivoclar Vivadent	T00702	Bis-GMA, Urethane Dimethacrylate, Triethyleneglycol Dimethacrylate
Ultra-Etch Acido Fosfórico	Ultradent	D00D0	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 35%



Oitenta e quatro blocos cerâmicos foram parcialmente inseridos em resina acrílica autopolimerizável em tubos de plástico (PVC) de 25 milímetros de diâmetro que foram usados como anel de sustentação. As superfícies cerâmicas expostas foram polidas manualmente com movimentos em forma de oito com lixas de carbeto de silício nas granulações decrescentes de 180, 220, 320, 400, 600, 800 e 1200 (3M, Sumaré, São Paulo, Brasil) para obtenção de superfícies padronizadas e regulares e assim minimizar efeitos não desejados de embricamento mecânico que poderiam interferir na resistência de união dos materiais usados no estudo.

Para limpeza, os blocos foram mergulhados na água destilada para banho em cuba ultrassônica (Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) por 10 minutos e removidos antes do desligamento automático para evitar a deposição de partículas sobre as superfícies cerâmicas.

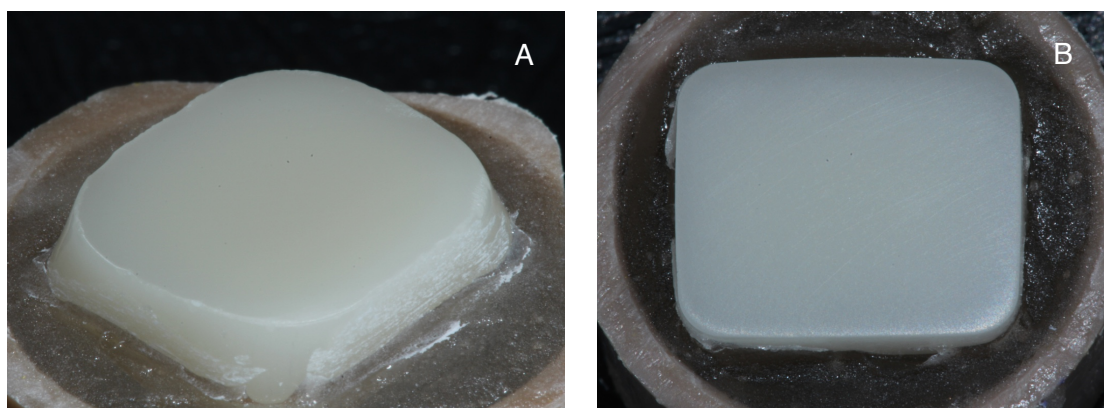


Figura 2- Blocos cerâmicos inseridos na resina acrílica autopolimerizável após o polimento: A/ Cerâmica de dissilicato de lítio (EMX). B/ Cerâmica feldspática (SIR).

#### 4.1.2 Preparação das Superfícies Cerâmicas

Os blocos cerâmicos foram secos com papel absorvente e jatos de ar isentos de óleo. As superfícies foram condicionadas com ácido hidrófluorídrico na concentração de 10% (Condicionador de porcelanas, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), os blocos de EMX por 20 segundos e os blocos de SIR por 60 segundos, e

lavados imediatamente com jato de água por 1 minuto. Todos os blocos foram novamente imersos em água destilada, na cuba ultrassônica, por 5 minutos para limpeza dos debrís que são resíduos inorgânicos da superfície atacada pela corrosão ácida e então removidos antes do desligamento automático para evitar a deposição de partículas nas superfícies cerâmicas.

Os blocos foram secos com papel absorvente e jatos de ar isentos de óleo. O agente de união silano (Rely X Ceramic primer, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foi aplicado com auxílio de micropincel (Cavibrush, FGM, Joinville, SC, Brasil) por 15 segundos, seguido de aplicação de jatos ar seco para eliminação dos solventes e da aplicação de ar aquecido ( $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ) por 1 minuto à 15 centímetros de altura e perpendicular a superfície das cerâmicas (Salon Dry, Philips, Barueri, SP, Brasil) (37-39).

Perfurações em fita dupla face de papel (modelo 9400, 3M, Sumaré, São Paulo, Brasil) foram realizadas com o auxílio de perfurador de lençol de borracha, com segundo furo de menor diâmetro e posteriormente coladas nas superfícies das cerâmicas para delimitação da área de cinco cilindros de cimento resinoso.

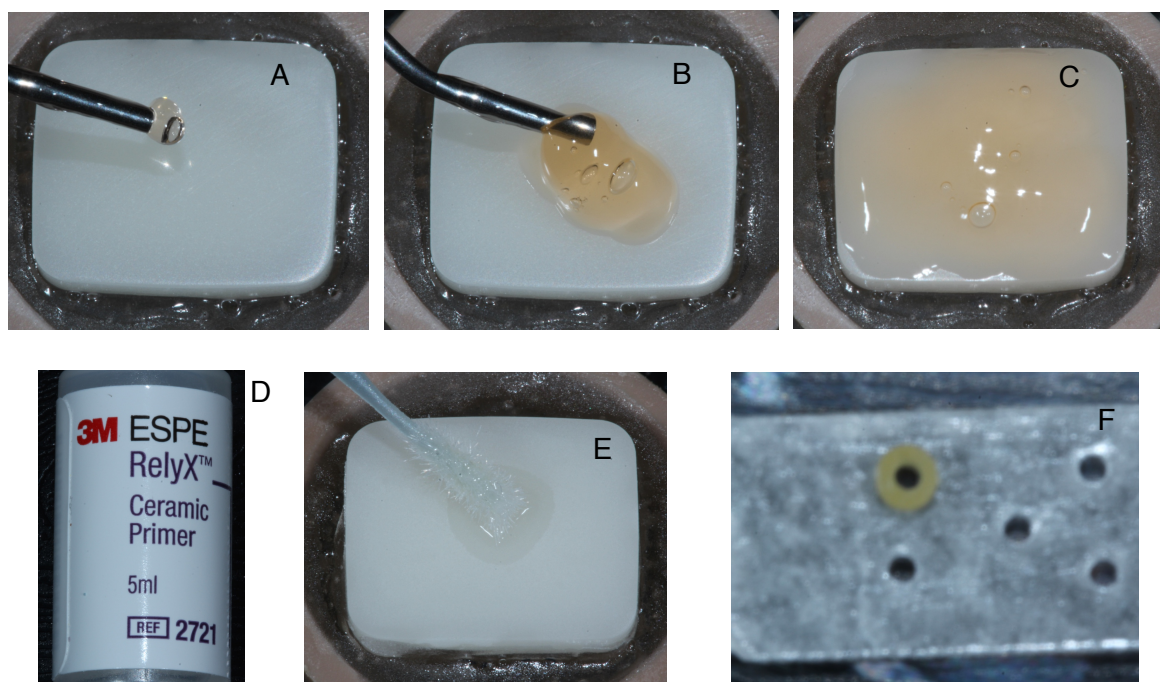


Figura 3 - A-C: Aplicação do ácido hidrófluorídrico 10%. D-E: Aplicação do agente de ligação silano. F- Alinhamento do tubo de amido e perfuração na fita dupla face.

#### 4.1.3 Confeção dos Cilindros de Resina

Massa alimentícia de amido (Bucatini n9, Barilla, Parma, Itália) foi cortada com 1,5 milímetros de altura com o auxílio de disco diamantado dupla face montado para peça de mão em baixa velocidade (Dupla Face Flexível, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil). Os tubos de amido possuem diâmetro de sua perfuração interna correspondente (com variação não significativa) ao da perfuração da fita dupla face (figura 3-F)(56). Assim, após a perfuração da fita e a colagem sobre a superfície da cerâmica condicionada e silanizada o adesivo dentinário (Adper™ Schotbond™ Multi-purpose, lot N629246, 3M ESPE, Germany) foi aplicado com micropinceis e a película formada foi uniformizada com jatos de ar livres de óleo por 10 segundos, em seguida fotopolimerizado com unidade de diodo emissor de luz (LED) (Valo® cordless, Ultradent, South Jordan, UT, USA) por 10 segundos com intensidade de potência de  $1000\text{mW}/\text{cm}^2$ . Em seguida a camada superficial da fita foi removida e os tubos de amido foram alinhados cuidadosamente e colados.

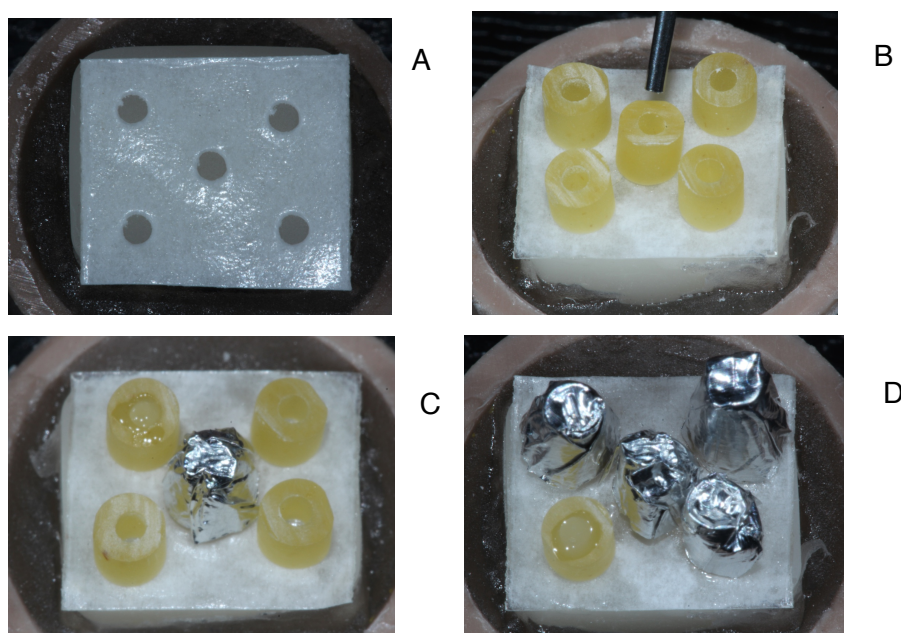


Figura 4 - A: Fita dupla face perfurada em posição no bloco - cerâmica SIR (grupo controle) B: Aplicação do cimento com ponta agulha. C: Cilindro central polimerizado e com proteção de barreira de alumínio. D: Polimerização sequencial dos cilindros em resina.

#### 4.1.4 Divisão dos Grupos e Subgrupos

Os blocos foram divididos em dois grupos de acordo com o tipo de cerâmica; grupo 1: EMX - Dissilicato de lítio e grupo 2: SIR - Feldspáticas. Os subgrupos foram denominados de acordo com a técnica de contaminação: controle (sem contaminação), contaminados com sangue ou com saliva; e ainda divididos pelo tipo de descontaminante em: água, ácido fosfórico 35% e álcool e pela re-aplicação do agente de ligação silano em metade das amostras descontaminadas.

##### 4.1.4.1 Subgrupo Controle

O cimento resinoso dual (Variolink II, Ivoclar Vivadent, cor A3, Base, lote T00702, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi inserido cuidadosamente no interior do primeiro cilindro de amido por uma ponta agulha e fotopolimerizado (Valo® cordless) por 20 segundos. Após a polimerização do primeiro cilindro sobre o bloco cerâmico este então foi recoberto com uma cápsula de alumínio (figura 4-B-C-D). Os demais cilindros foram preenchidos como no primeiro, e um por vez foram também fotopolimerizados e recobertos para o bloqueio de luz. Desta forma foi possível assegurar a mesma quantidade de luz em cada um dos cinco cilindros. O processo foi repetido para os três blocos cerâmicos de cada tipo (EMX e SIR) totalizando 60 cilindros para o subgrupo controle.

#### 4.1.4.2 Subgrupos Experimentais

Estes blocos foram contaminados com sangue (180 cilindros) ou com saliva (180 cilindros) antes da aplicação do adesivo na área delimitada da fita dupla face para cada cilindro de cimento resinoso, reproduzindo o momento da possível contaminação no atendimento clínico. O sangue foi obtido por uma punção simples com agulha biselada na polpa do dedo anelar esquerdo de um doador saudável (o próprio autor) e aplicado nas superfícies expostas da fita dupla face com o auxílio de micropinceis. A saliva foi doada por uma pessoa do sexo masculino (o próprio autor), que se absteve de alimentação e bebida por duas horas antes da coleta. A contaminação ocorreu com a aplicação com o auxílio de micropinceis. Os contaminantes permaneceram na superfície por 60 segundos.

Após a contaminação foi aplicado nos blocos cerâmicos um jato de água por 30 segundos para limpeza inicial, removendo qualquer resíduo de contaminante visível e assim, a descontaminação foi realizada ao esfregar ativamente com micropinceis por 60 segundos água, ou ácido fosfórico 35% (Ultra-etch, South Jordan, UT, Ultradent, USA), ou álcool etílico 95%, com 60 cilindros para cada descontaminante totalizando 360 cilindros. Após a descontaminação, cada bloco foi novamente lavado com jato de água por 30 segundos e secos com jatos de ar livre de óleo. Metade dos subgrupos contaminados receberam uma nova aplicação do agente de ligação silano (180 cilindros de cimento) e depois o adesivo; a outra metade recebeu apenas a aplicação do adesivo (180 cilindros).

Após estes passos, os procedimentos de cimentação foram realizados como descrito no subgrupo controle. Finalmente, todos os blocos foram imersos em água destilada e estocadas em estufa à 37° C e por 36 horas.

#### 4.2 TESTE MECÂNICO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISSALHAMENTO

Após o período de imersão em água destilada os tubos de amido e a fita dupla face foram amolecidos e removidos com auxílio de lâmina de bisturi 15C, assim expondo os cilindros de cimento resinoso.

O teste de resistência ao microcisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaios mecânicos (Bisco Shear Bond Tester, Bisco, II, USA) no laboratório de pesquisa em Dentística Restauradora e Materiais Dentários da Universidade de Brasília (UnB), com a restrição do local para aplicação da força por um atuador em forma de bisel na região da base do cilindro de cimento resinoso, deslizando paralelamente a superfície do bloco cerâmico livre de interferências por atrito, e aplicação de força cisalhante pontualmente e na velocidade de 0,5mm/min. A máquina opera com uma célula de carga de 500 Newtons(N) e os valores expressos no painel digital correspondem a força em N aplicada para fratura do cilindro.

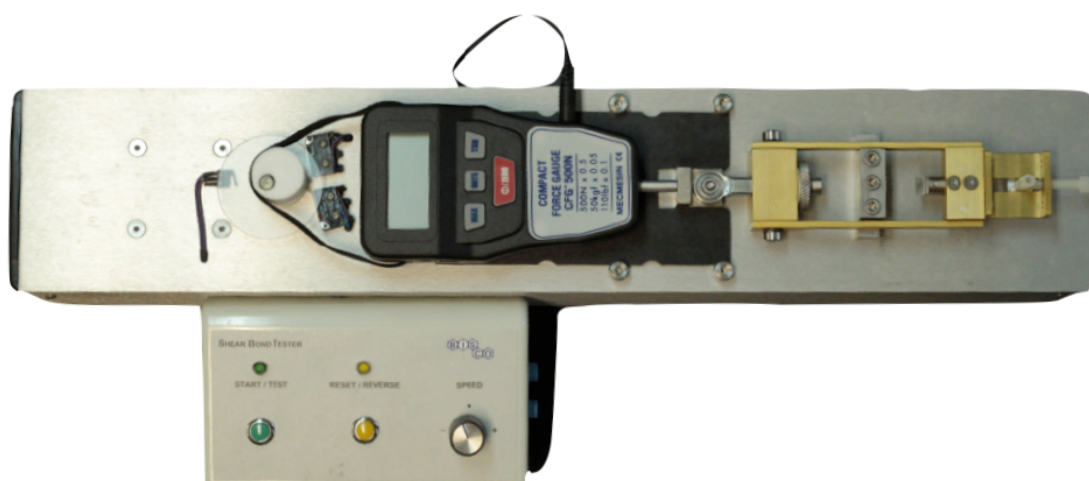


Figura 5- Máquina de microcisalhamento usada no teste - Bisco Shear Bond Tester

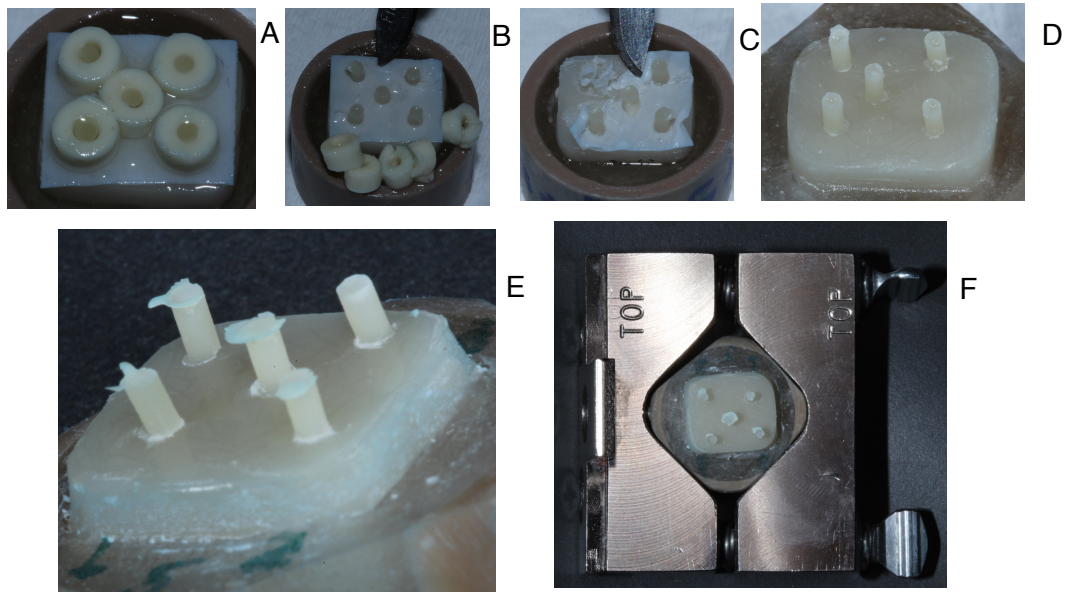


Figura 6 A-D: Remoção dos cilindros de amido e fita dupla face E : Cilindros de cimento resinoso prontos para o teste. F: Berço para adaptação do bloco cerâmico na máquina de microcisalhamento.

Após a fratura de cada cilindro, a região da quebra foi medida com paquímetro digital e a área da circunferência calculada. Assim, foi possível o cálculo em megapascal (MPa) de cada cilindro.

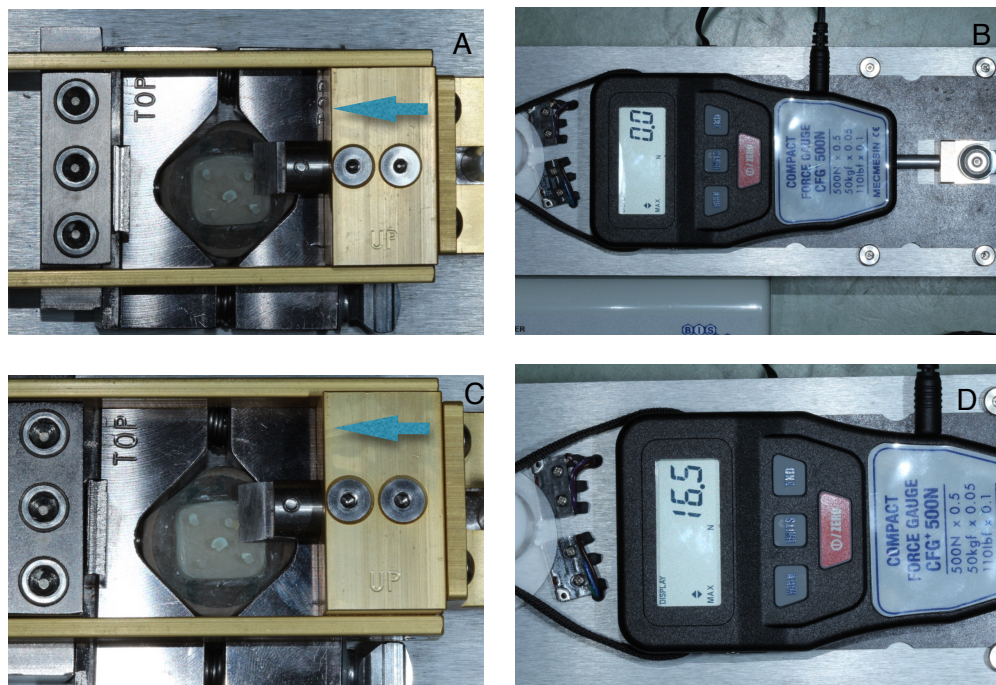


Figura 7 - A : Atuador de força em posição. B : Célula de carga de 500 Newtons pronta para uso. C: A seta indica o sentido da força. D: Leitura da força em Newtons.

### 4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Foram selecionadas as amostras que melhor representavam os grupos testados, tomando como referência os valores médios em MPa do teste de microcisalhamento, para análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os blocos representativos de cerâmica EMX e SIR foram removidos da resina acrílica, lavados e secos com jatos de ar livre de óleo e metalizados. Foram inseridos na máquina de metalização catiônica (*sputter coater*, SCD 050, Balzers Union, Liechtenstein) por deposição de fina camada de ouro no instituto de biologia da UnB.

As amostras metalizadas foram montadas em *stubs* e colados com fita dupla face de carbono de alta condutividade elétrica no porta amostra do microscópio eletrônico de varredura do laboratório de fadiga de materiais do departamento de engenharia mecânica da Universidade de Brasília (JEOL JSM 7100F, Field Emission Scanning Electron Microscope). Fotomicrografias representativas obtidas no MEV foram submetidas a espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) para avaliar os constituintes minerais de cada região escolhida na imagem.



Figura 8 - Microscópio Eletrônico de Varredura usado (MEV) usado para análise das imagens.



#### 4.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados de resistência de união ao microcislamento foram submetidos à análise estatística através do software SPSS STATISTICS versão 22 IBM ( Armonk, New York, EUA) ao nível de significância de 5%. Os valores de resistência de união foram avaliados quanto uniformidade de distribuição dos grupos e subgrupos e a reaplicação do silano. A variável dependente foi o valores em MPa. Para cada cerâmica testada (EMX e SIR) foram avaliadas as seguintes variáveis independentes: contaminante (sangue, saliva e controle); limpeza (água, álcool, ácido fosfórico e controle); e, re-silanização (sim ou não). Os dados foram analisados por ANOVA a 3-critérios para definir a influência das variáveis independentes contaminante, limpeza e re-silanização para cada uma das cerâmicas testadas. As diferentes combinações de limpeza e re-silanização para cada contaminante em cada tipo de cerâmica foram analisadas por ANOVA a um-critério. Os testes *post hoc* foram realizados pelo teste de Tukey ( $\alpha=5\%$ ).

#### 4.5 ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA

A análise dos padrões de fratura foi realizada com lupa estereoscópica (Leica EZ4D, Heerbrugg, Switzerland) com aumento entre 200X e 300X e as falhas foram classificadas como: Coesiva no cimento resinoso (C= Cimento resinoso); Adesiva (Adh= Adesiva); Coesiva na cerâmica (Ce=Cerâmica); Mista com falha no cimento resinoso e adesiva (C+Adh); mista com falha no cimento resinoso, adesiva e cerâmica (C+Adh+Ce) e mista com falha adesiva e na cerâmica (Adh+Ce).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 TESTE MECÂNICO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO

#### 5.1.1 Cerâmica EMX

A análise de variância a 3-critérios demonstrou que as variáveis independentes contaminante ( $p < 0,001$ ) e limpeza ( $p = 0,029$ ) foram estatisticamente significativas, enquanto a variável re-silanização não o foi ( $p = 0,073$ ).

O contaminante sangue, a despeito dos métodos de limpeza e re-silanização reduziu a força de união entre cerâmica e cimento resinoso mais do que saliva, que também promoveu resultados abaixo dos do controle.

A limpeza com água foi a única que se aproximou dos resultados do controle, este último com resultados superiores à limpeza com álcool e ácido fosfórico.

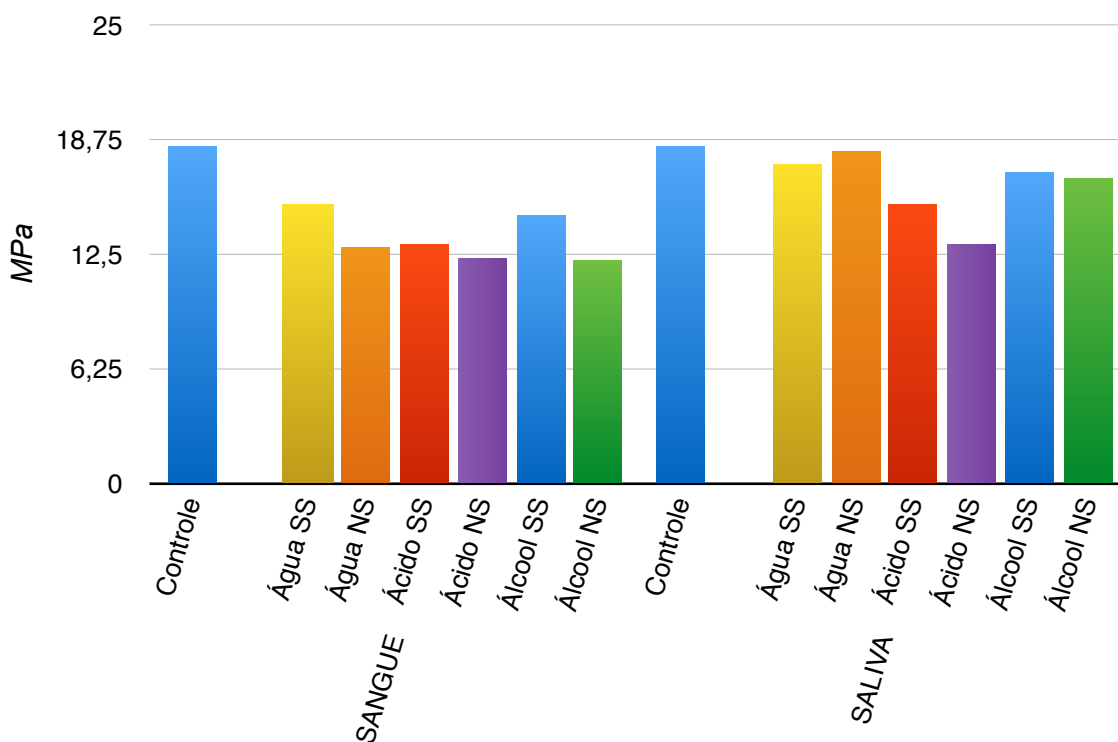


Figura 9: Médias dos valores de resistência de união da cerâmica do grupo EMX, valores em MPa em cada subgrupo.

Entretanto, água, álcool e ácido fosfórico não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si.

A análise de ANOVA a um-critério, avaliando as diferentes combinações de limpeza e re-silanização para cada contaminante e a cerâmica EMX são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Resistência de união ao microcisalhamento para a cerâmica EMX, em função do tipo de contaminante (sangue ou saliva) e combinação de método de limpeza e execução de re-silanização comparados ao controle.

Limpeza	Re-silanização	Sangue MPa (DP)	Saliva MPa (DP)
Controle*		18,32 (6,56) A	18,32 (6,56) A
Água	Sim	15,09 (4,63) AB	17,26 (3,99) AB
	Não	12,85 (5,81) AB	18,06 (6,56) AB
Álcool	Sim	14,64 (7,07) AB	16,85 (6,43) AB
	Não	12,12 (4,19) B	15,57 (3,18) AB
Ácido	Sim	12,96 (4,18) AB	15,17 (4,51) AB
	Não	12,33 (3,96) B	13,03 (3,76) B

\*O controle não foi contaminado e, portanto, não recebeu qualquer tipo de limpeza ou re-silanização adicional ao preparo ideal de superfície.

Letras maiúsculas distintas na coluna denotam diferença estatística significativa entre a combinação de método de limpeza e execução de re-silanização para cada tipo de contaminante ( $p < 0,05$ ).

### 5.1.2 Cerâmica SIR

A análise de variância a 3-critérios demonstrou que as variáveis independentes contaminante ( $p=0,396$ ), limpeza ( $p=0,500$ ) e re-silanização ( $p=0,614$ ) não apresentaram influência estatisticamente significativa na resistência de união entre a cerâmica SIR e o cimento resinoso.

A análise de ANOVA a um-critério, avaliando as diferentes combinações de limpeza e re-silanização para cada contaminante e a cerâmica SIR são apresentadas na Tabela 3.

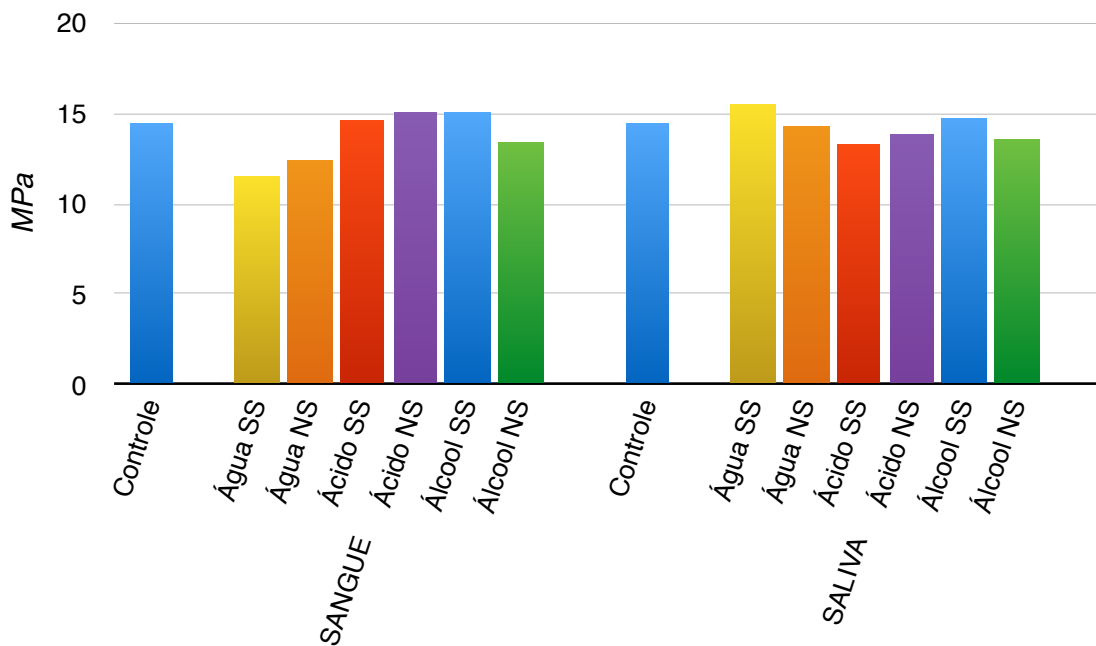


Figura 10: Médias dos valores de resistência de união da cerâmica do grupo SIR, valores em MPa em cada subgrupo.

Tabela 3 - Resistência de união ao microcislhamento para a cerâmica SIR, em função do tipo de contaminante (sangue ou saliva) e combinação de método de limpeza e execução de re-silanização comparados ao controle.

Limpeza	Re-silanização	Sangue MPa (DP) <sup>a</sup>	Saliva MPa (DP) <sup>b</sup>
Controle*		14,44 (5,05)	14,44 (5,05)
Água	Sim	11,49 (5,02)	15,45 (3,43)
	Não	12,44 (2,76)	14,33 (5,81)
Álcool	Sim	15,00 (4,65)	14,73 (3,07)
	Não	13,46 (2,86)	13,62 (4,60)
Ácido	Sim	14,65 (4,94)	13,32 (2,43)
	Não	15,01 (3,20)	13,87 (3,88)

\*O controle não foi contaminado e, portanto, não recebeu qualquer tipo de limpeza ou re-silanização adicional ao preparo ideal de superfície.

<sup>a</sup> Não houve diferença estatística significativa entre controle e métodos de limpeza e re-silanização para o contaminante sangue ( $p=0,160$ )

<sup>b</sup> Não houve diferença estatística significativa entre controle e métodos de limpeza e re-silanização para o contaminante saliva ( $p=0,862$ )

### 5.1.3 Análise do Padrão de Fratura

Os resultados das análises dos padrões de fratura estão representados para cerâmica EMX na figura 11 e para cerâmica SIR na figura 12. Ocorreram falhas predominantemente mistas em cimento resinoso e área adesiva na cerâmica do grupo EMX e falhas predominantemente mistas em cimento resinoso, área adesiva e em cerâmica para o grupo SIR.

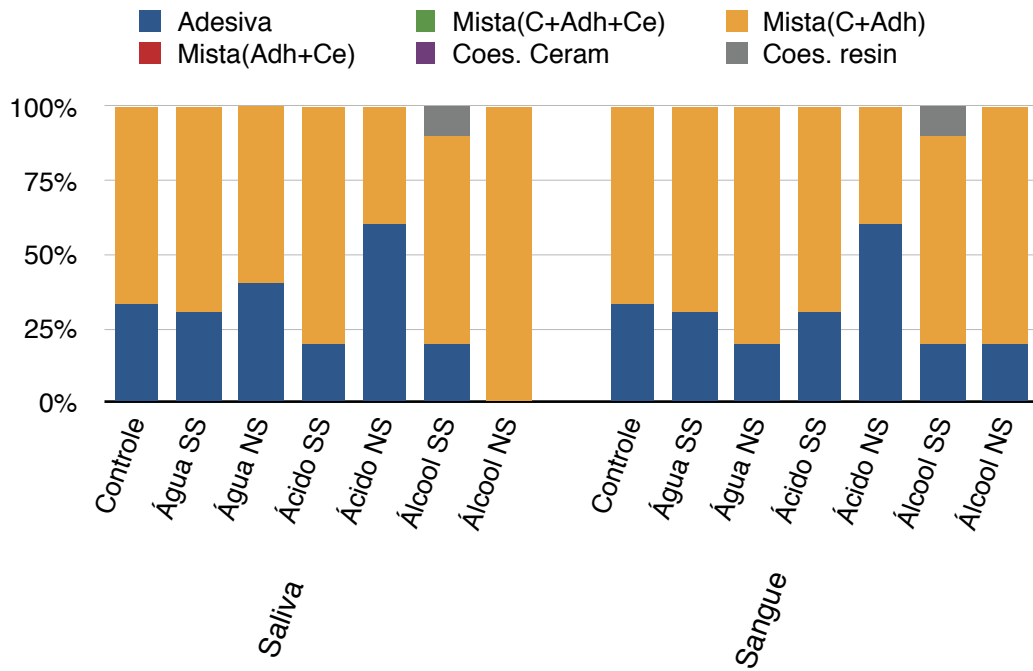


Figura 11: Distribuição dos padrões de fratura da cerâmica EMX identificado em lupa estereoscópica (Leica EZ4D, Heerbrugg, Switzerland) com aumento entre 200X e 300X. (C= Cimento resinoso; Adh= Adesiva; Ce=Cerâmica)

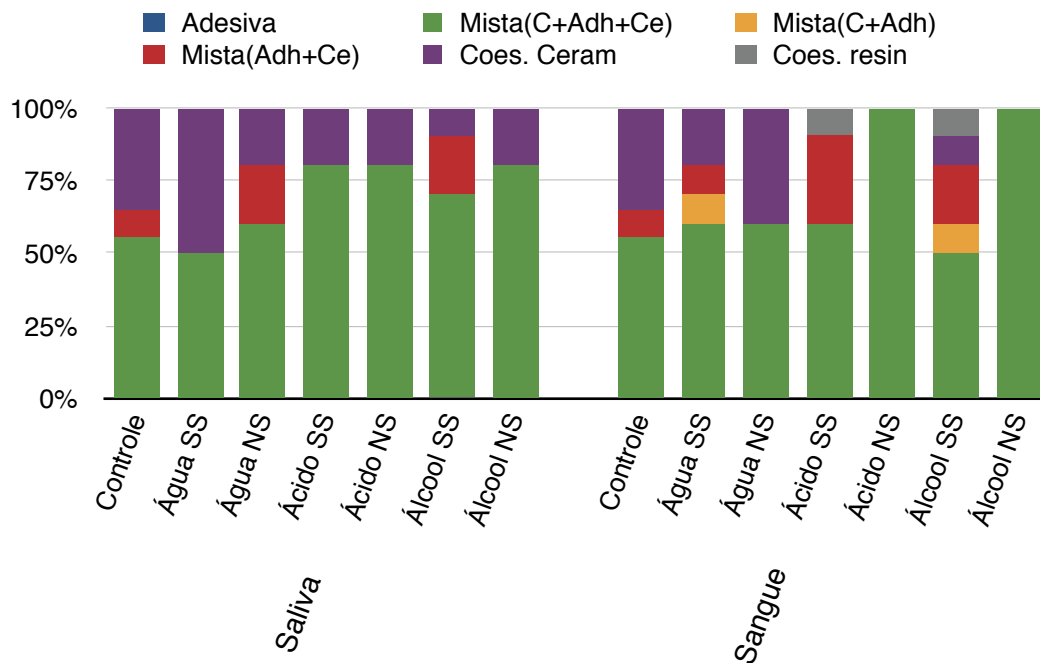


Figura 12: Distribuição dos padrões de fratura da cerâmica SIR identificado em lupa estereoscópica (Leica EZ4D, Heerbrugg, Switzerland) com aumento entre 200X e 300X. (C= Cimento resinoso; Adh= Adesiva; Ce=Cerâmica)

## 5.2 ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As imagens representativas de microscopia das cerâmicas após o teste de microcisalhamento foram obtidas das superfícies fraturadas e mostraram o padrão de fratura das amostras, nas cerâmicas do grupo SIR a alta ocorrência de fratura mista (em resina , na área adesiva e em cerâmica). Nos blocos cerâmicos do grupo EMX as fraturas foram predominantemente mistas (em resina e na área adesiva).

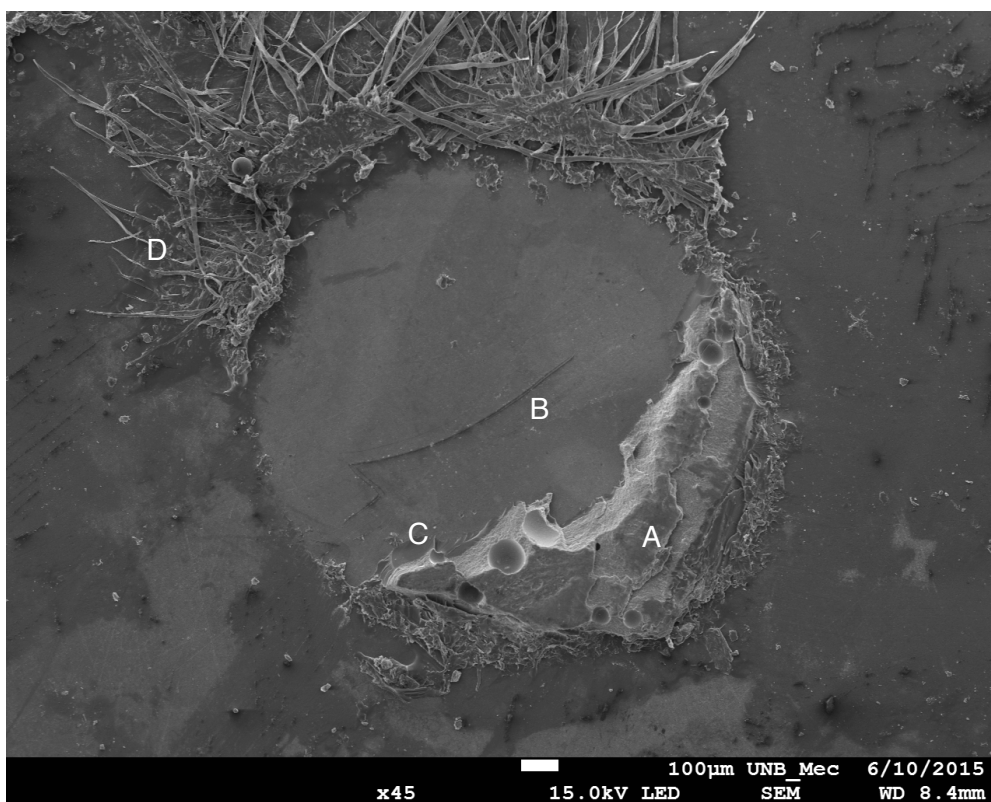
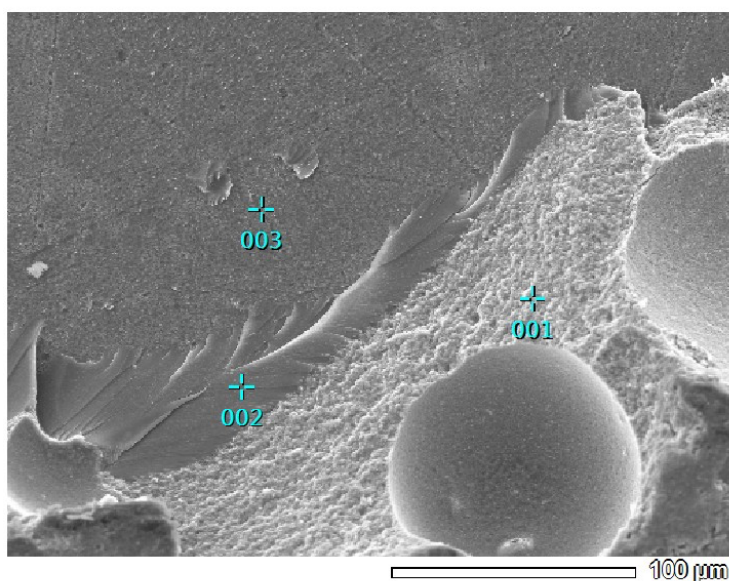


Figura 13: Fotomicrografia da região da fratura do tipo mista (cimento resinoso e adesiva) ocorrida em bloco de EMX, subgrupo controle, mostrando em A o cimento resinoso, B a cerâmica condicionada, C Adesivo e em D região externa a área da cimentação (resíduo de fita dupla face). O sentido da força aplicada foi de A para B.

## Spectrum raio X

JEOL



Type	Keyword	Modific
IMG1	IMG1	Wednes
EDS	EDS , SEQ	
EDS	EDS , SEQ	
EDS	EDS , SEQ	

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	73.54	1.17	82.99			81.3805	
Si K	1.739	26.46	0.61	17.01			18.6195	
Total		100.00		100.00				

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	99.77	2.48	99.87			99.9152	
Si K	1.739	0.23	0.82	0.13			0.0848	
Total		100.00		100.00				

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	22.11	0.32	30.12			6.6168
O K	0.525	55.60	0.73	56.88			66.714
Si K	1.739	22.30	0.30	13.00			26.668
Total		100.00		100.00			

Figura 14: Espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDX) da imagem correspondente a figura 13, com ampliação, e identificação dos componentes químicos da área marcada na imagem. Os percentuais das massas e dos componentes químicos encontrados sugerem que: 001 corresponde ao cimento resinoso, 002 ao adesivo dentinário e 003 a cerâmica condicionada.



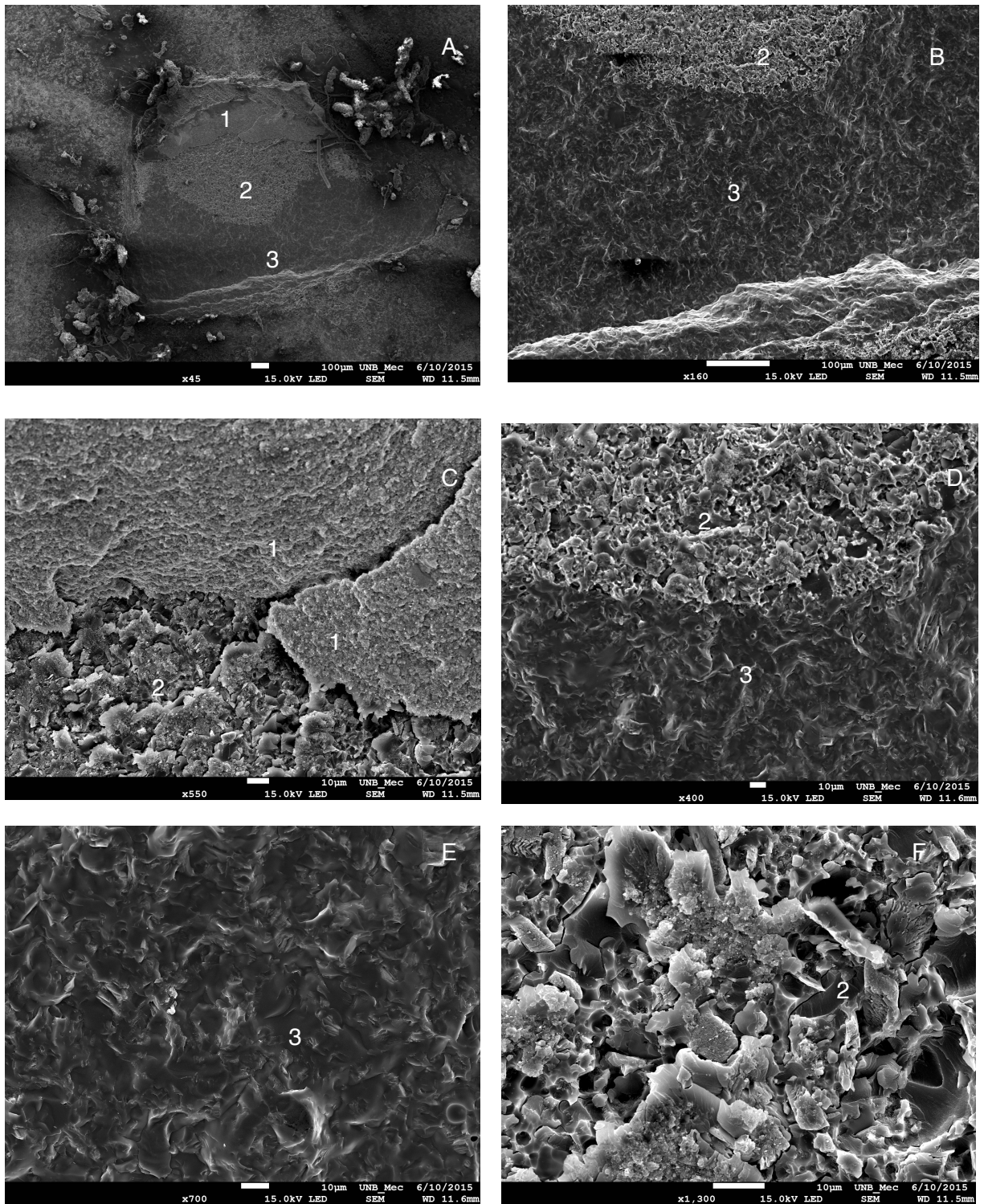


Figura 15: Fotomicrografias do grupo SIR, bloco contaminado com saliva e descontaminado com ácido fosfórico e sem a re-silanização. A-F: As imagens evidenciam a falha do tipo mista (cimento+adesiva+cerâmica) 1 - Fratura coesiva em resina 2 - Cerâmica condicionada (Fratura na área da adesão) 3 - Fratura coesiva em cerâmica (sem condicionamento) 4 - Região externa a área da cimentação do cilindro de cimento resinoso (resíduo de fita dupla face). O sentido da força aplicada foi de 1 para 3.

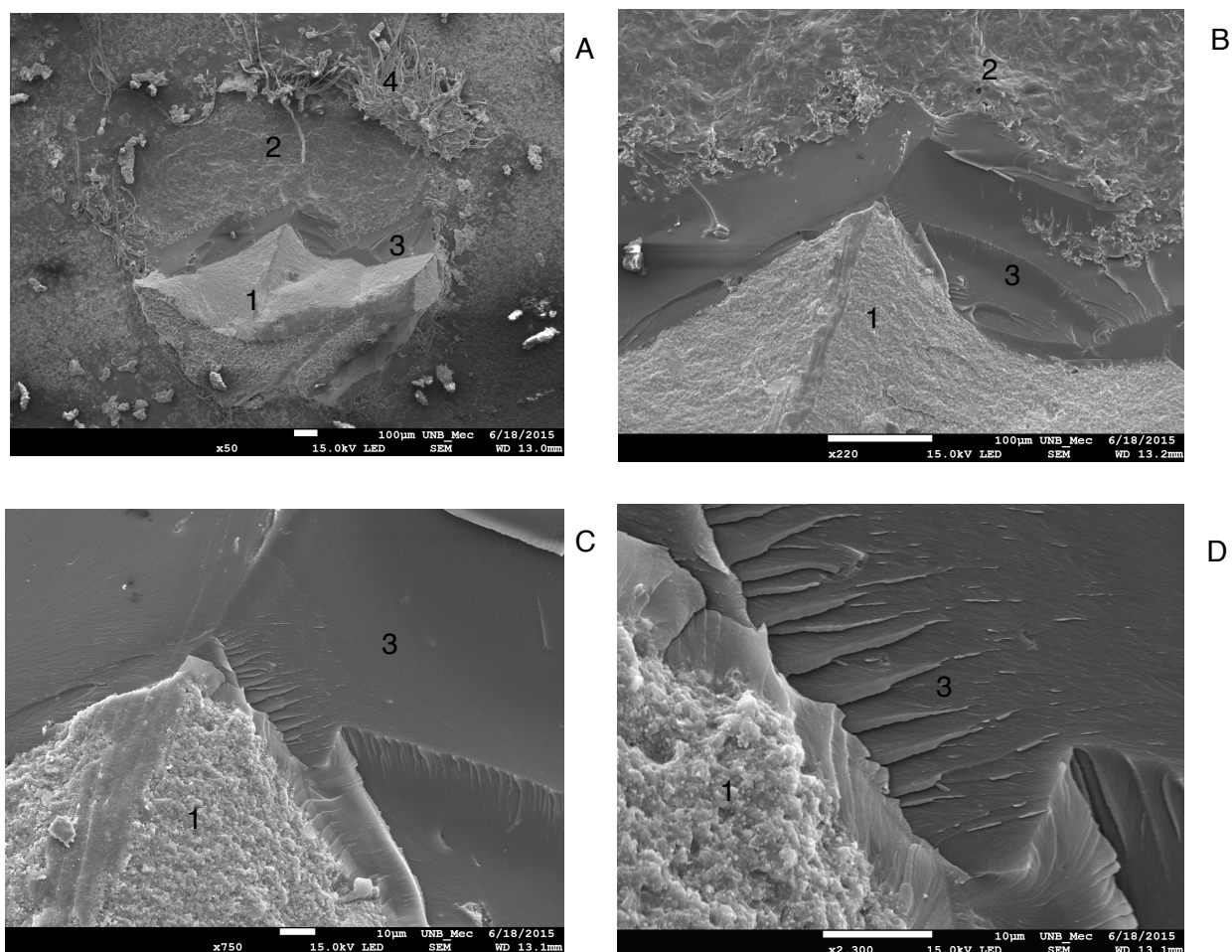
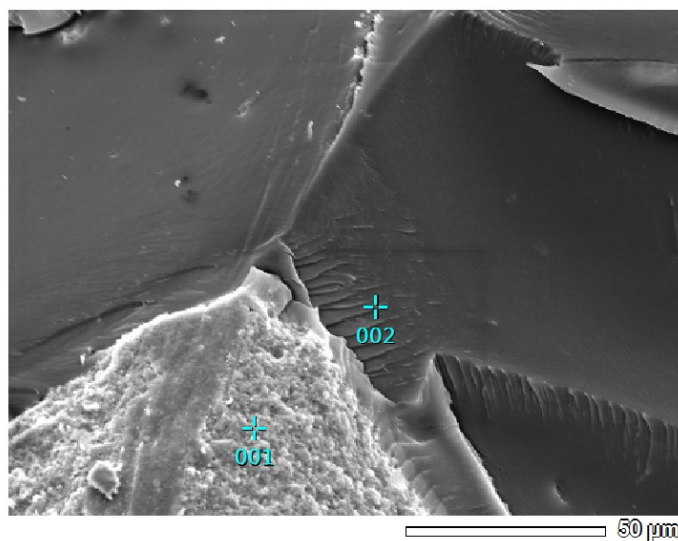


Figura 16: Fotomicrografias da cerâmica do grupo SIR, contaminado com sangue, descontaminado com álcool e re-silanizado. As imagens A-D mostram falha do tipo mista (cimento+adesiva+cerâmica) em 1- Fratura coesiva no cimento resinoso 2 - Fratura coesiva na cerâmica 3 - Adesivo dentinário 4 - região externa da área da cimentação (resíduo de fita dupla face). O sentido da força aplicada foi de 1 para 2.

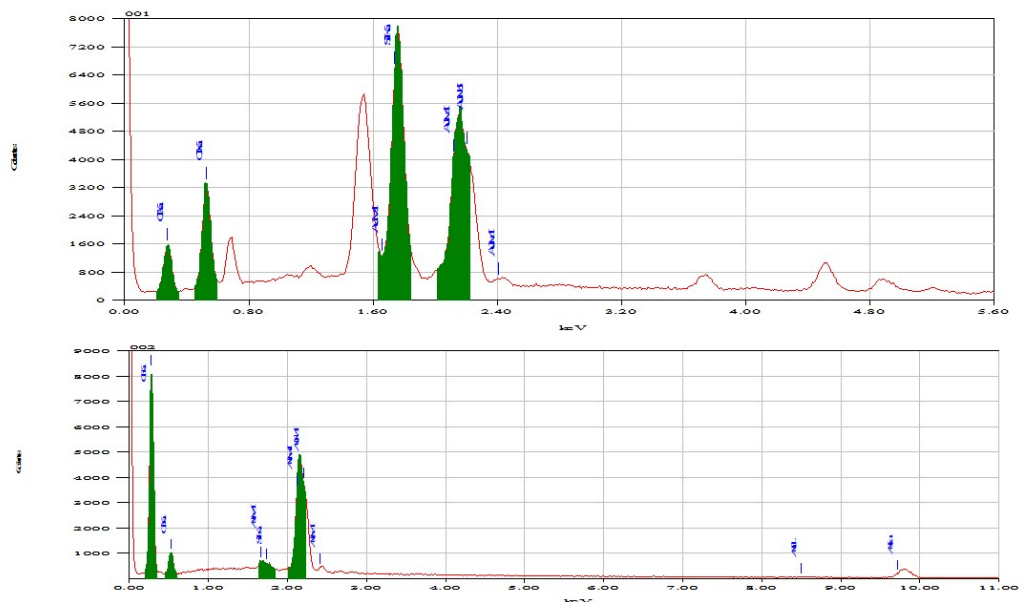
As fotomicrografias mostram a área da fratura ocorrida pela aplicação da força na região da base do cilindro de cimento resinoso e que tem padrões diferentes para cada tipo de cerâmica, nas áreas fraturadas dos cilindros nas cerâmicas do grupo EMX as fraturas foram predominantemente mistas, mas com maior área de exposição da superfície condicionada e na região adesiva e coesivas no cimento resinoso, porém não houve fratura coesiva em cerâmica para esse grupo. Nas cerâmicas do grupo SIR as fraturas foram mistas com alta incidência de fraturas coesivas em cerâmica e cimento resinoso e adesivas.

## JED-2200 Series

JEOL



Type	Keyword	Modific
IMG1	IMG1	Thursda
EDS	EDS , SEQ	
EDS	EDS , SEQ	



Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	K	0.277	23.63	0.10				9.9395
O	K	0.525	40.06	0.24				49.7273
Si	K	1.739	9.72	0.06				11.9518
Au	M	2.121	26.59	0.17				28.3814
Total		100.00		100.00				

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	K	0.277	61.52	0.11				54.9367
O	K	0.525	16.60	0.19				14.7828
Si	K	1.739	0.13	0.02				0.1904
Au	M	2.121	21.75	0.13				30.0901

Figura 17: Espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDX) da imagem correspondente a figura 16, com ampliação, e identificação dos componentes químicos da área marcada na imagem. Os percentuais das massas dos componentes químicos encontrados sugerem que: 001 corresponde ao cimento resinoso e 002 ao adesivo dentinário.

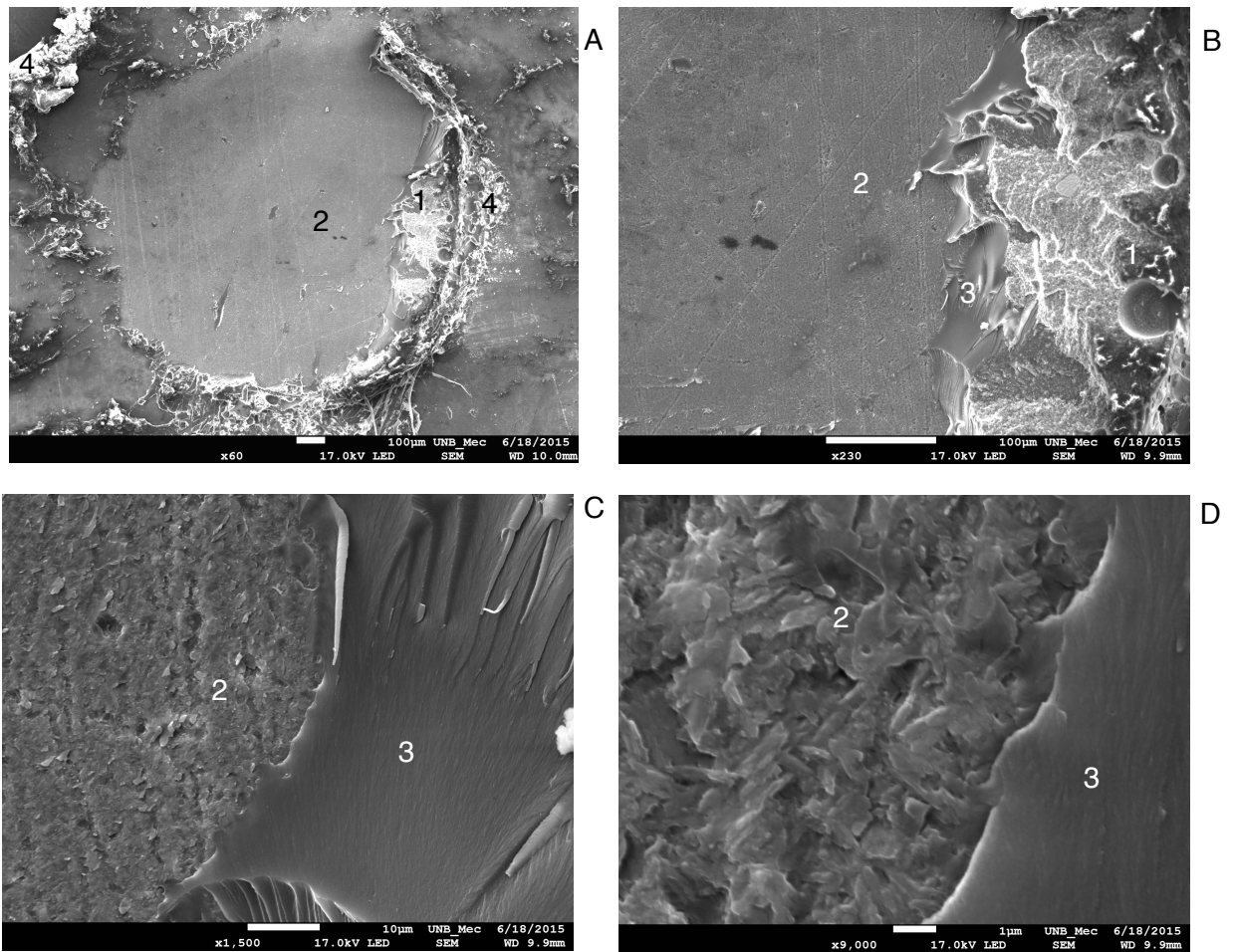


Figura 18: Fotomicrografias da cerâmica do grupo EMX, contaminado com sangue, descontaminado com álcool e re-silanizado. Mostrando falha do tipo mista (cimento +adesiva) A-D: 1 - Fratura coesiva no cimento resinoso. 2 - Cerâmica condicionada 3 - Adesivo dentinário 4 - Região externa da área da cimentação (resíduo de fita dupla face). O sentido da força aplicada foi de 1 para 2.

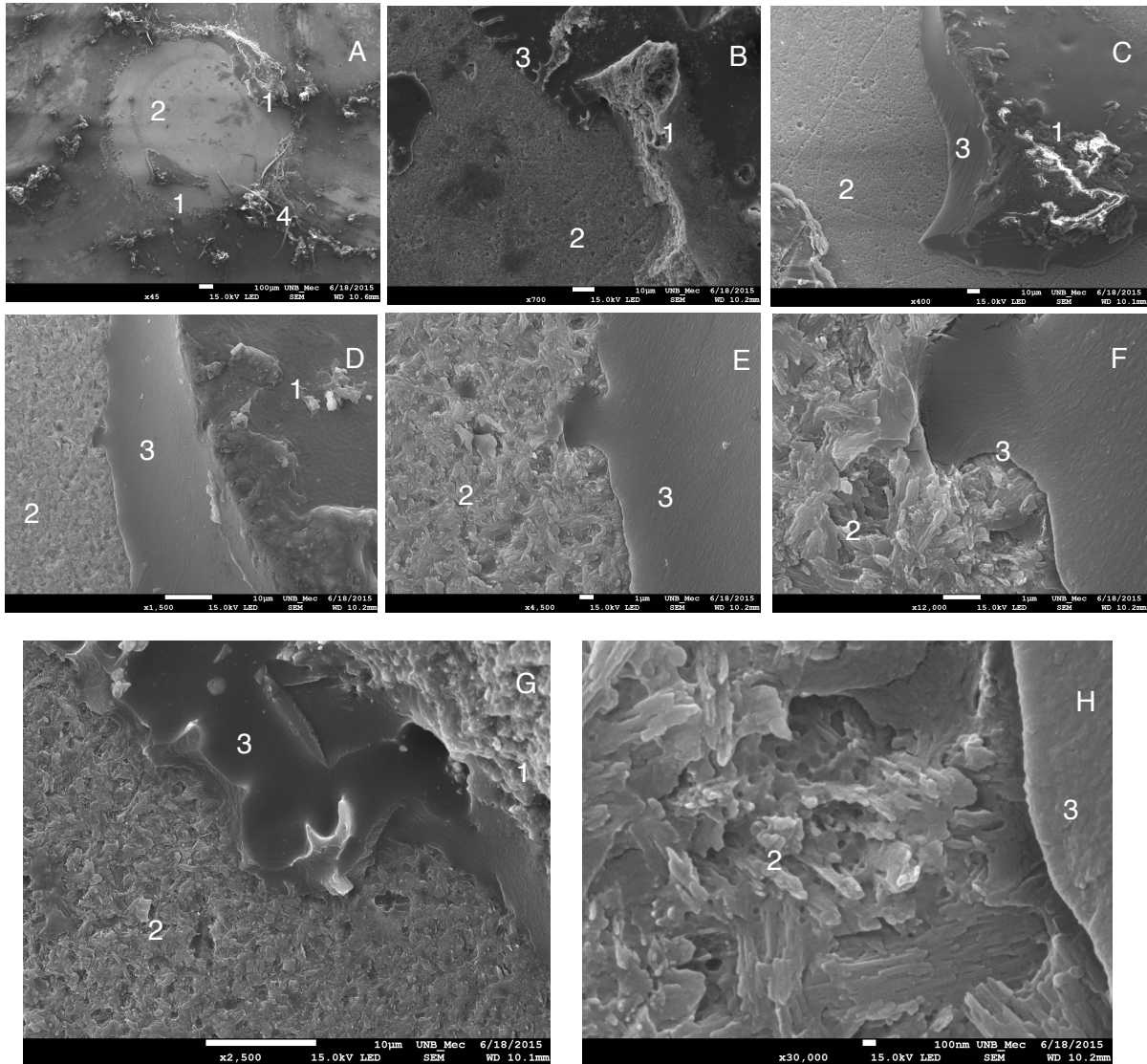


Figura 19: Fotomicrografias da cerâmica do grupo EMX, contaminado com sangue, descontaminado com álcool e sem a reaplicação do silano. mostrando de A-H falha do tipo mista (cimento+adesiva) em 1: fratura coesiva no cimento resinoso, 2: a cerâmica condicionada, 3: Adesivo, 4: região externa a área da cimentação do cilindro de cimento resinoso (resíduo de fita dupla face). O sentido da força aplicada foi de 1 para 2.

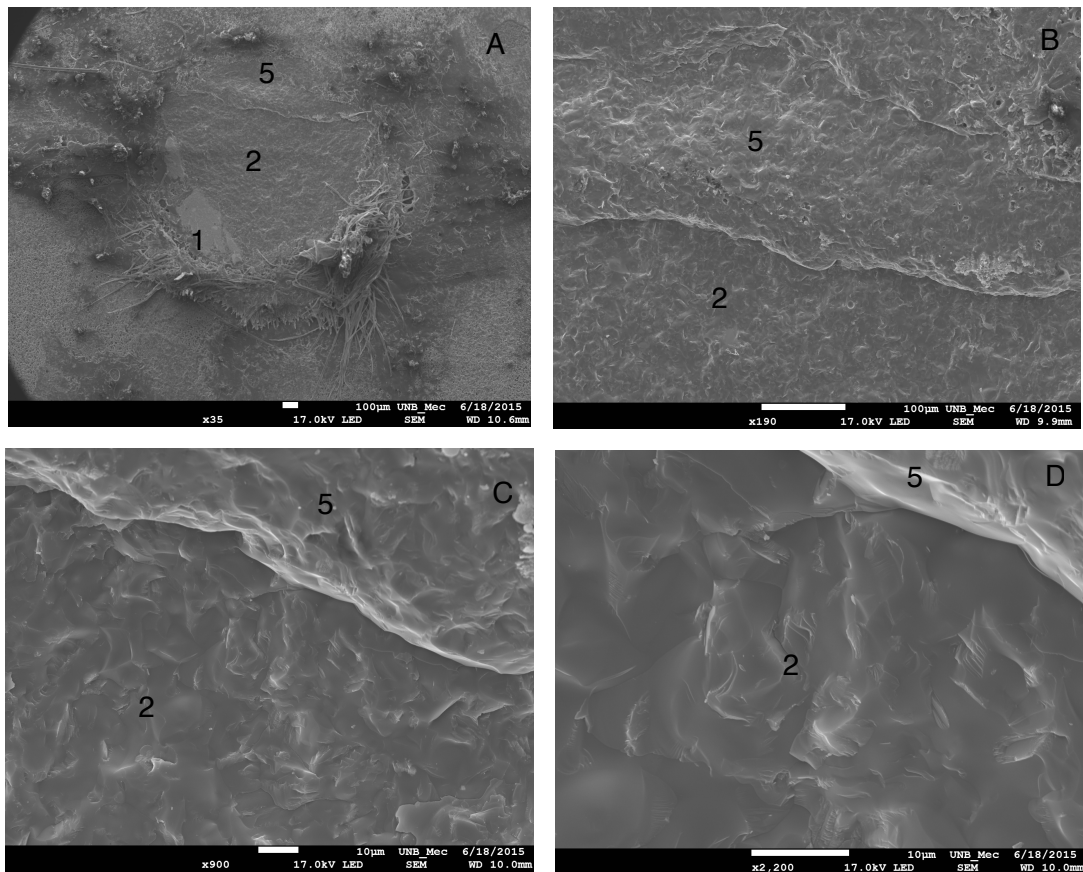


Figura 20: Fotomicrografias da cerâmica do grupo SIR, subgrupo controle e mostrando falha do tipo mista (cimento+adesiva+cerâmica) de A-D: 1 - Fratura coesiva no cimento resinoso. 2 - Cerâmica condicionada. 3 - Adesivo dentinário 4 - Região externa da área da cimentação (resíduo de fita dupla face). 5 - Fratura coesiva na cerâmica. O sentido da força aplicada foi de 1 para 2.

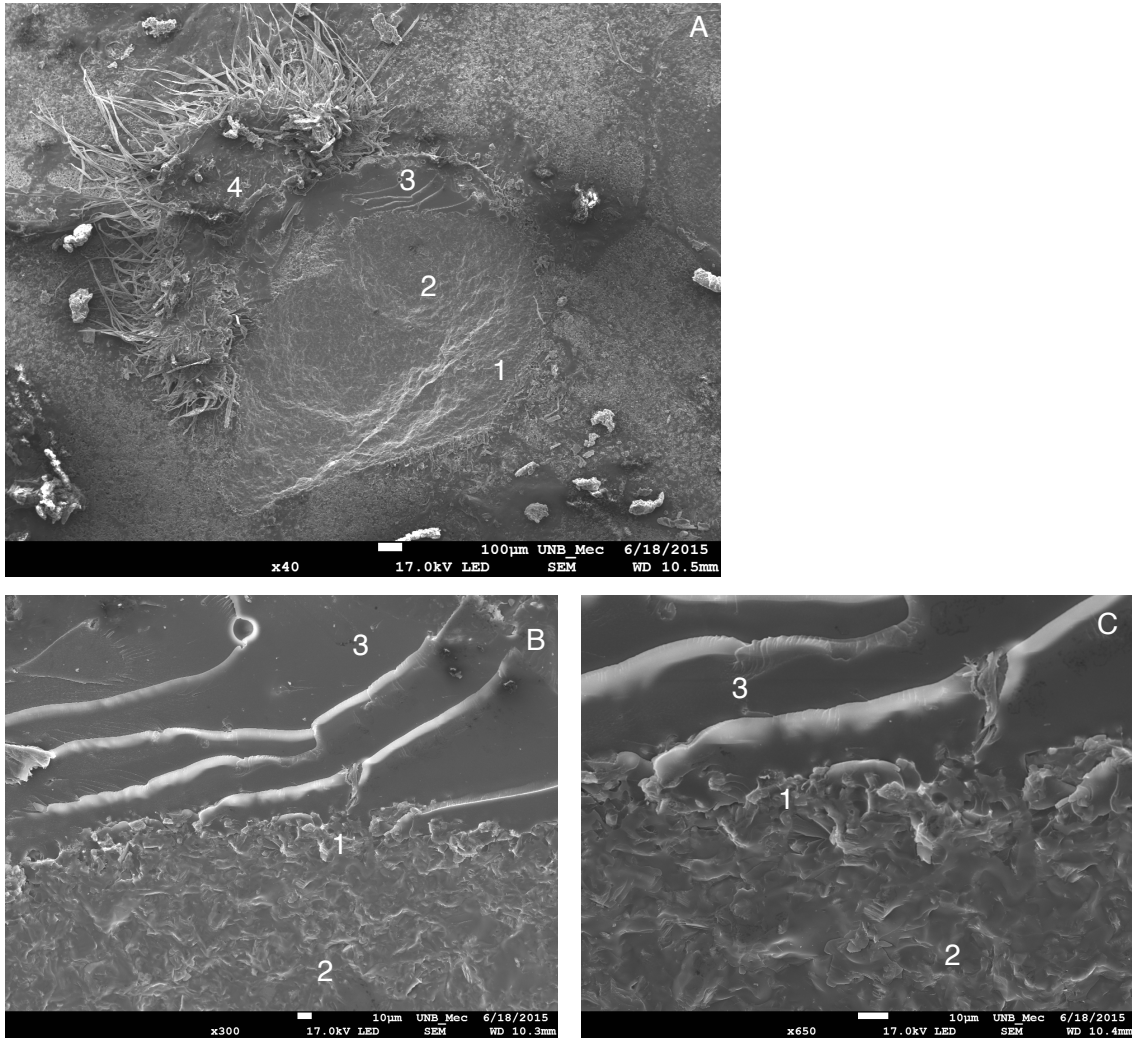


Figura 21: Fotomicrografias da cerâmica do grupo SIR, subgrupo contaminado com saliva, descontaminado com álcool e re-silanizado. Mostrando falha do tipo mista (Adesiva+cerâmica) de A-C: 1 - Superfície da cerâmica condicionada. 2 - Fratura coesiva na cerâmica 3 - Adesivo dentinário 4 - Região externa a área da cimentação (resíduo de fita dupla face). Neste não houve fratura coesiva no cimento resinoso. O sentido da força aplicada foi de 1 para 2.

## 6 DISCUSSÃO

O aumento da demanda estética e os avanços na odontologia adesiva transformaram a rotina clínica de confecção das restaurações indiretas, possibilitando o uso de cerâmicas livres de metal e a preservação das estruturas dentárias. A cimentação adesiva permite a união de materiais cerâmicos aos substratos dentais de forma eficiente (3,6,40). As técnicas adesivas são sensíveis ao protocolo de uso e indicação dos materiais (1,20). A superfície da cerâmica que receberá o cimento deve ser condicionada com ácido hidrófluorídrico e silanizada (3,5-9). Entretanto, por opção técnica profissional e/ou em algumas condições clínicas na sequência de cimentação pode ocorrer a contaminação biológica durante o atendimento do paciente e cuidados devem ser tomados para que a efetividade do procedimento adesivo não diminua. Alguns técnicos de laboratório de prótese dentária e profissionais no consultório odontológico realizam o preparo condicionante das cerâmicas antes do atendimento para teste da adaptação das restaurações, assim o risco de contaminação biológica é assumido. Neste trabalho testamos os biocontaminantes mais prováveis que são sangue e saliva, e aplicação dos descontaminantes que foram água, ácido fosfórico 35% e álcool. Outra variável também testada foi a necessidade de reaplicação de nova camada do agente de ligação silano após a descontaminação.

Os tipos de cerâmicas usados neste trabalho foram as vítreas (feldspática) e vítreas reforçadas (dissilicato de lítio) pois são as mais utilizadas para restaurações na área estética e permitem a modificação de rugosidade de superfície e a cimentação adesiva. A escolha do sistema CAD/CAM foi pela praticidade que favorece o trabalho de pesquisa. O condicionamento das superfícies cerâmicas usadas foram realizados com o ácido hidrófluorídrico na concentração de 10%, seguida de aplicação do agente de ligação silano, pois esta técnica é recomendada na literatura atualmente para tratar cerâmicas vítreas, vítreas reforçadas previamente à cimentação adesiva (3,6-8,33,34).

Com a intenção de evitar efeitos deletérios ao procedimento de cimentação adesiva com a contaminação biológica, o condicionamento da superfície cerâmica deveria ser realizado após os procedimentos de teste clínico de conferência das



adaptações das margens do preparo e ajustes das restaurações indiretas (58). Os principais componentes orgânicos da saliva (proteínas, enzimas, bactérias e resíduos de alimentos) e inorgânicos (íons minerais) e do sangue (células do sangue e plasma) quando em contato com a superfície condicionada da cerâmica (microrugosa) pode favorecer a incorporação destes nas microporosidades criadas pela ação corrosiva do ácido e formar um revestimento na área tratada da cerâmica (15,59). A presença de contaminante revestindo a superfície condicionada pode interferir nas ligações químicas dificultando a formação das pontes siloxanas e também a reação dos metacrilatos da camada de adesivo/cimento resinoso. A aplicação de substância descontaminante poderia evitar algum prejuízo para qualidade da adesão (59-60).

Nas cerâmicas do grupo EMX, a superfície é fortemente afetada pela ação corrosiva do ácido hidrofúorídrico promovendo irregularidade na topografia da cerâmica por degradação dos cristais de dissilicato de lítio (19,33). A presença de contaminantes nas rugosidades e a efetividade das técnicas de limpeza podem ser relacionadas com a obstrução parcial das microporosidades superficiais. A dificuldade de formação de ligações químicas com o silano, comparado com as cerâmicas feldspáticas, é característica da cerâmica de dissilicato de lítio. A resistência de união, depende em parte, da retenção mecânica obtida na microporosidade formada pela ação do ácido (34).

Nas cerâmicas do grupo SIR, a ação do ácido hidrofúorídrico promove microporosidade na superfície cerâmica por degradação dos cristais de sílica. Comparativamente, com topografia diferente das cerâmicas de dissilicato de lítio e com menor perda de substância e conseqüente menor embricamento mecânico. Entretanto, as ligações químicas entre o silano e a sílica tratada é comparativamente superior a cerâmica de dissilicato de lítio. Desta forma, a resistência de união deste tipo de cerâmica esta relacionada com as ligações das pontes siloxanas e o embricamento mecânico (7,32-33).

Neste estudo, para cerâmica do grupo EMX foi realizada comparações entre os subgrupos contaminados, o controle, os métodos de limpeza e a re-silanização. O contaminante sangue obteve os piores resultados de resistência de união, a despeito dos tipos de descontaminantes e re-silanização, em comparação com a saliva, que, também reduziu os valores de resistência de união em relação ao

controle. O descontaminante água produziu melhor resultado que o álcool e o ácido fosfórico aproximando os valores de resistência de união ao controle. Entretanto, não houve diferença estatística entre os materiais de limpeza. Nas comparações entre os diferentes materiais para descontaminação, e re-silanização, no mesmo subgrupo contaminado a água foi o que obteve melhor resultado de resistência de união mas sem restabelecer os valores do subgrupo controle. Estes achados se relacionam provavelmente com a técnica de limpeza das superfícies cerâmicas descrita na metodologia.

Para cerâmica SIR, foram realizadas comparações entre os subgrupos contaminados, o controle, os métodos de descontaminação e re-silanização e não houve resultados estatisticamente significante para os valores de resistência de união. O mesmo ocorreu nas comparações entre os materiais de descontaminação/limpeza e re-silanização em cada subgrupo contaminado.

A escolha das substâncias para descontaminação/limpeza neste estudo foi devido à revisão de literatura demonstrar a rotina de emprego destes materiais para essa finalidade. Aplicação do ácido fosfórico como descontaminante foi demonstrado como eficiente para remoção dos biocontaminantes, assim como o álcool e a água (45,60-61). Neste trabalho, os valores de resistência de união após a descontaminação com ácido fosfórico não foram restabelecidos ao comparar com os do subgrupo não contaminado-controle. Esta ocorrência pode estar relacionada com os achados de um estudo realizado por Phark et al. que trata de descontaminação, que relatou a ocorrência de valores de resistência de união diminuídos para o ácido fosfórico como descontaminante e ao fazer a análise da superfície das cerâmicas com o método de alta sensibilidade espectroscopia fotoeletrônica de raios X (XPS) e justificou que, mesmo quando lavamos vigorosamente a cerâmica, após a aplicação do ácido fosfórico, resíduos de fósforo ainda podem permanecer impregnados nas microporosidades, apesar de não haver resíduos de contaminantes, e sugeriu que a ação do ácido promove alteração na energia de superfície da cerâmica tratada e o que poderia levar a diminuir a eficiência da cimentação adesiva (15). Estes achados também foram descritos no trabalho realizado por Yang et al. (61) e no estudo realizado por Ishii et al. (60). Entretanto, o trabalho de Magne e Cascione (62) sugeriu o uso do ácido fosfórico para limpeza

dos debrís residuais de sílica após o condicionamento com o ácido hidrófluorídrico e alternativamente propôs a limpeza em cuba ultrassônica com os mesmos resultados.

Os valores de resistência de união do teste de microcisalhamento mostraram coerência com os dados encontrados na literatura para cada tipo de cerâmica. Os padrões de fratura dos cilindros de cimento apresentaram maiores falhas do tipo mista em ambas cerâmicas usadas no teste sendo que, no grupo SIR apresentaram fraturas predominantemente mistas (em resina, adesiva e cerâmica) e nas cerâmicas do grupo EMX mistas com maior ocorrência de falhas no cimento e adesivas, não houve ocorrência de falhas mistas na cerâmica para este grupo. Estes dados provavelmente ocorreram pois a composição das cerâmicas do grupo SIR, com alta concentração de sílica e forma desorganizada dos cristais na fase vítrea levam este material a uma menor resistência mecânica por distribuição não homogênea das tensões apesar da pequena área submetida à força no teste de microcisalhamento e necessitam de maior tempo de exposição ao ácido hidrófluorídrico por dificuldade ação por contato com a superfície cerâmica. Comparada as cerâmicas do grupo EMX, onde cristais de dissilicato de lítio estão dispostos de forma mais organizada e compacta e apresentam mais estrutura de reforço na fase cristalina que sílica na fase vítrea e estão dispostos de forma que favorece o contato com a ação corrosiva de condicionamento com ácido hidrófluorídrico, e assim necessitam de menor tempo de exposição para provocar as rugosidades superficiais. As características de organização estrutural de cada tipo de cerâmica testada neste estudo podem influenciar diretamente a resistência de cada material e assim, a resistência intrínseca da cerâmica do grupo SIR é menor que a do grupo EMX, o que pode justificar o maior número de fraturas mistas com envolvimento da cerâmica para o teste mecânico realizado com a cerâmica feldspática (2,6,35).

Para execução da cimentação adesiva das cerâmicas vítreas e vítreas reforçadas é desejável que não aconteça a contaminação especialmente com sangue. Porém, se ocorrer, a água apresentou melhor resultado como descontaminante embora o álcool e o ácido fosfórico tiveram resultados satisfatórios. A re-silanização não influenciou os valores de resistência de união de forma significativa. Sabe-se que todo estudo *in vitro* possui limitações, entretanto, o presente trabalho ajuda a orientar o comportamento profissional em condições semelhantes.

## 7 CONCLUSÃO

Diante das limitações deste estudo e considerando a metodologia adotada podemos concluir que:

1. A contaminação com sangue foi pior para as cerâmicas do grupo EMX;
2. Os descontaminantes foram efetivos para limpeza das superfícies cerâmicas;
3. A re-silanização não influenciou os valores de resistência de união.

## Referências

1. Kelly J R, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J* 2011;56:84–96.
2. Höland W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and Properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress Glass-Ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 297-303.
3. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of literature. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(3): 268-274.
4. Brentel AS, Özcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater.* 2007; 23(11): 1323-1331.
5. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti Mac, Correr-Sobrinho L. Effects of surface treatments, Thermocycling, and Cyclic Loading on the Bond Strength of a Resin Cement Bonded to a Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent.* 2012; 38(1): 000-000.
6. Hooshmand T, Van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002; 18(2): 179-188.
7. Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *J Dent.* 2000;28:163–77.
8. Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *J Oral Rehabil.* 2005; 32(8): 598-605.

9. Yoo H M, T S Oh, Pereira P N R. Effect of Saliva Contamination on the Microshear Bond Strength of One-step Self-etching Adhesive Systems to Dentin. *Oper Dent* 2006; 31(1):127-134.
10. Eiriksson S O, Pereira P N R, Swift E J Jr, Heymann H O, Sigurdsson A. Effects of saliva contamination on resin–resin bond strength. *Dent Mater* 2004; 20(1):37–44.
11. Nikolaus F, Wolkewitz M, Hahn P. Bond strength of composite resin to glass ceramic after saliva contamination. *Clin Oral Investig* 2012; 17(3):751–755.
12. Eiriksson S O, Pereira P N R, Swift E J Jr, Heymann H O, Sigurdsson A. Effects of blood contamination on resin–resin bond strength. *Dent Mater* 2004; 20(2):184–190.
13. Mendonça E C C, Vieira S N, Kawaguchi F A, Powers J, Matos A B. Influence of blood contamination on bond strength of a selfetching system. *Eur J Dent* 2010;4(3): 280-286.
14. Tachibana A, Castanho GM, Vieira SN, Matos AB. Influence of Blood Contamination on Bond Strength of a Self-etching Adhesive to Dental Tissues. *J Adhes Dent* 2011;13(4):349-358.
15. Phark J H, Duarte S Jr, Kahn H, Blatz M B, Sadan A. Influence of contamination and cleaning on bond strength to modified zirconia. *Dent Mater* 2009; 25(12):1541–1550.
16. Li R W K, Chow T W, Matinlinna L P. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: State of the art. *J Prosthodont Res.*2014; (58):208-216.
17. Miyazaki T, Hotta Y, Kunii J, Kuriyama S, Tamaki Y. A review of dental CAD/CAM: current status and future perspectives from 20 years of experience. *Dent Mater J* 2009; 28(1):44-56.
18. Bosh G, Ender A, Mehl A. A 3-dimensional accuracy analysis of chairside CAD/ CAM milling processes. *J Prosthet Dent* 2014;112:1425-1431.

19. Zogheib LV, Della Bona A, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J.* 2011; 22(1): 45-50.
20. Kelly J R. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am* 2004;48(2):513–530.
21. Albakry M, Guazzato M, Swain M V. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. *J Prosthet Dent* 2003;89(4):374-380.
22. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007;98(5):389-404.
23. Guess PC, Zavanelli RA, Silva NR, Bonfante EA, Coelho PG, Thompson VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. *Int J Prosthodont.* 2010;23(5):434-42.
24. Kern M, Sasse M, Wolfart S. Ten-year outcome of three-unit fixed dental prostheses made from monolithic lithium disilicate ceramic. *J Am Dent Assoc.* 2012;143(3):234-40.
25. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2012;107(3):170-7.
26. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307.
27. Baldissara P, Llukacej A, Ciocca L, Valandro FL, Scotti R. Translucency of zirconia copings made with different CAD/CAM systems. *J Prosthet Dent.* 2010;104(1):6-12.
28. Griggs JA. Recent advances in materials for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am.* 2007;51(3):713-27.
29. Zhang Y, Chai H, Lee JJ, Lawn BR. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *J Dent Res.* 2012;91(3):311-5.

30. Sadaqah N R. Ceramic Laminate Veneers: Materials Advances and Selection. OJST. 2014;4(05):268–279.
31. Meijering AC, Roeters FJ, Mulder J, Creugers NH. Patients' satisfaction with different types of veneer restorations. J Dent. 1997;25(6):493-7.
32. Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. J Prosthet Dent. 1993;70(3): 224-33.
33. Della Bona, Anusavice Kj. Microstructure, Composition, and Etching Topography of Dental Ceramics. Int J Prosthodont. 2002;15(2):159-167
34. Della Bona A, Shen C, Anusavice Kj. Work of adhesion of resin and treated lithiadisilicate-based ceramic. Dent Mater. 2004; 20(4): 338-344.
35. Della Bona A, Anusavice Kj, Mecholsky Jj. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent Mater. 2003; 19(8): 693-699.
36. Hooshmand T, Matinlinna JP, Keshvad A, Eskandarion S, Zamani F. J Mech. Bond strength of a dental leucite-based glass ceramic to a resin cement using different silane coupling agents. Behav Biomed Mater. 2013;17:327-32.
37. Barghi N, Berry T, Chung K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. J Oral Rehabil. 2000;27(5):407-12.
38. Carvalho R F, Cotes C, Kimpara E T, Leite F P P. Heat Treatment of Pre-hydrolyzed Silane Increases Adhesion of Phosphate Monomer-based Resin Cement to Glass Ceramic. Braz Dent J. 2015;26(1):44-49.
39. Kitahara N, Itoh K, Kusunoki M, Oikawa M, Miyazaki T. One-bottle silane coupling agent containing 4-META. Dent Mater J. 2013;32(3):409–412.
40. Anusavice Kj. Phillips, materiais dentários. 2005;Ed Elsevier, Rio de Janeiro. 764p.
41. Edelhoff D, Ozcan M. To what extent does the longevity of fixed dental prostheses depend on the function of the cement? Working Group 4 materials: cementation. Clin Oral Implants Res. 2007;18(3):193-204.



42. Nicholls JI Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J Prosthet Dent.* 1988; 60:443-447.
43. Aboush YE. Removing saliva contamination from porcelain veneers before bonding. *J Prosthet Dent.* 1998;80:649–653.
44. Van Schalkwyk JH, Botha FS, Van der Vyver PJ, Wet FA, Botha SJ. Effect of biological contamination on dentine bond strength of adhesive resins. *SADJ* 2003;58:143–7.
45. Quaas A C, Yang B, Kern M. Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater.* 2007;23(4):506–512.
46. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *J Dent Mater.* 2010;26(2):e50-62.
47. MC Donough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MY, Schumacher GE, et al. A microshear test to measure bond strengths of dentin–polymer interfaces. *Biomaterials* 2002;23:3603–8.
48. Otani A, Amaral M, May LG, Cesar P F, Valandro L F. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater.* 2015;31(6): 648-656.
49. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucci B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236–40.
50. Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Passos SP, Bottino MA. Does the bonded cross-sectional surface area affect the microtensile bond strength of resin cement to glass-ceramic? *Minerva Stomatol* 2008;57(10):497–504.
51. Scherrer S S, Cesar P F, Swain M V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dent Mater.* 2010; 26(2): e78–e93.


52. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater.* 2002;18(5):380-8.
53. Braga R R, et al. Adhesion to tooth structure: A critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.* 2010;26: e38-e49.
54. Sadr A, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J. Effects of storage time and temperature on the properties of two self-etching systems. *J Dent.* 2007;35(3):218-25.
55. Costa LA, Carneiro KK, Tanaka A, Lima DM, Bauer J. Evaluation of pH, ultimate tensile strength, and micro-shear bond strength of two self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2014;28(1):1-7.
56. Tedesco T K, Montagner A F, Skupien J A, Soares F Z M, Susin A H, Rocha R O. Starch Tubing: An Alternative Method to Build Up Microshear Bond Test Specimens. *J Adhes Dent* 2013; 15: 311–315.
57. Inokoshi M, Kameyama A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. *Journal of Dentistry* 2013;41(2):170–179.
58. Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995;74(1):381-7.
59. Milleding P, Carlén A, Wennerberg A, Karlsson S. Protein characterisation of salivary and plasma biofilms formed in vitro on non-corroded and corroded dental ceramic materials. *Biomaterials.* 2001;22(18):2545-55.
60. Ishii R, Tsujimoto A, Takamizawa T, Tsubota K, Suzuki T, Shimamura Y, Miyazaki M. Influence of surface treatment of contaminated zirconia on surface free energy and resin cement bonding. *Dent Mater J,* 2015; 34(1): 91–97.

61. Yang B, Lange-Jansen HC, Scharnberg M, Wolfart S, Ludwig K, Adlung R, et al. Influence of saliva contamination on zirconia ceramic bonding. *Dent Mater.* 2008;24:508–13.

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

APÊNDICE A – RECIBO DE ARTIGO SUBMETIDO PARA PUBLICAÇÃO

ScholarOne Manuscripts™ Flávio Tavares ▾ Instructions & Forms Help Log Out



 Brazilian Dental Journal

[Main Menu](#) / [Author Dashboard](#) / [Submission Confirmation](#)

## Submission Confirmation

Thank you for submitting your manuscript to *Brazilian Dental Journal*.

Manuscript ID: BDJ-2015-0295
Title: Ceramic bonding: should the porcelain be re-silanated after contamination?
Authors: Tavares, Flávio
Date Submitted: 18-May-2015

 Print  Return to Dashboard

SCHOLARONE™



THOMSON REUTERS™

© Thomson Reuters | © ScholarOne, Inc., 2014. All Rights Reserved.  
ScholarOne Manuscripts and ScholarOne are registered trademarks of ScholarOne, Inc.  
ScholarOne Manuscripts Patents #7,257,767 and #7,263,655.

