

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**Faculdade de Ciências de Saúde**  
**Programa de Pós-Graduação em Odontologia**



Dissertação de Mestrado

**Avaliação do efeito da contaminação salivar e métodos de limpeza na  
resistência de união entre cimento resinoso e cerâmicas vítreas**

**Patrícia Magno dos Santos Matias**

Brasília, 27 de março de 2019

**Patrícia Magno dos Santos Matias**

**Avaliação do efeito da contaminação salivar e métodos de limpeza na  
resistência de união entre cimento resinoso e cerâmicas vítreas**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert

Brasília, 2019

**Patrícia Magno dos Santos Matias**

**Avaliação do efeito da contaminação salivar e métodos de limpeza na  
resistência de união entre cimento resinoso e cerâmicas vítreas**

Dissertação aprovada, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Data da defesa: 27/03/2019

Banca examinadora:

---

Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert (Orientador)

---

Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia

---

Profa. Dra. Liliana Vicente Melo de Lucas Rezende

*Dedico essa dissertação a Deus e a minha família.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, que sempre agiu com abundante misericórdia e graça, mesmo eu não merecendo. Ele que trilhou meu caminho e me capacitou para superar os inúmeros obstáculos, que pareciam ser infinitos. Sem ele eu nada seria.

Agradeço a minha família, meu suporte, minha rocha, meu tudo. Sou muito grata por todo o sacrifício que meus pais fizeram para eu chegar até aqui. E também por todo o suporte emocional, espiritual, financeiro e físico. Obrigada pela compreensão e ajuda nos vários dias e noites no laboratório; pelo “PAIfood”; por sempre me apoiarem; por me ensinarem que o esforço e dedicação sempre trazem frutos (às vezes demora, mas uma hora é gol); por me mostrarem que ajudar o próximo é sempre bom, mesmo quando estamos sobrecarregados. São tantas coisas para agradecer, que não caberia nessa seção. Enfim, amo vocês com todas as minhas forças.

Agradeço ao meu orientador prof. Leandro Hilgert pela sua paciência, disponibilidade e confiança. Obrigada pelos materiais da pesquisa, pelas críticas construtivas, por me incentivar a sempre estar trabalhando em algo, pelas oportunidades. Com o sr. aprendi muito sobre fotografia e agora tenho um HD com muitos e muitos GB de fotos das clínicas, de material didático preparado e dos vários projetos paralelos que pude participar. Também aprendi um pouco sobre métodos de mensuração de cor (CIELAB), o que gerou 2 painéis do IADR 2018. Obrigada pela orientação em diversos casos clínicos como de clareamento interno e reabilitação com resina bisacrílica. Também agradeço por me ofertar oportunidades em diversos projetos e parcerias, e por me dar a chance de orientar alunos na clínica e no laboratório.

Agradeço a Amanda e a Larissa que me ajudaram na parte laboratorial do presente estudo. À Raissa e ao Dr. Palmieri pelos blocos cerâmicos e pela ajuda na cristalização dos emax. Também agradeço ao Miguel da Engenharia que abriu as portas do SG-9 e me treinou para usar o Confocal, MEV e EDX. Além disso, a Ingrid da Biologia, por metalizar as amostras.

Agradeço as minhas amigas do coração Pry, Ana e Ju. Pelo suporte técnico em tudo que se refere a computador, “matemática” e revisões em diversas línguas.

E também por entenderem minhas ausências e estresses. E por sempre me mostrarem que tempo e distância são insignificantes diante da nossa amizade.

Agradeço aos colegas que a pós me proporcionou: Raissa, Ingrid, Marília, Amanda, Fernanda, Larissa, Paulo, Fábio, Déborah, Cecília. Foram muitas clínicas, laboratórios, risadas, trocas de experiências clínicas e acadêmicas e algumas gordices.

Agradeço aos meus professores do mestrado que me ensinaram a aprender e a buscar construir o tripé pesquisa-docência-clínica. Com eles aprendi muito sobre metodologias ativas e como facilitar o aprendizado dos meus futuros alunos.

Agradeço aos convites de parcerias no protocolo fotográfico de infiltração resinosa da Marília. A toda ajuda da Raissa, do Dr. Palmieri e do prof. Leandro no planejamento e execução da reabilitação plástica. Pela oportunidade de ser avaliadora em uma pesquisa clínica no trabalho Larissa, Marta e Karine sob orientação do prof. Leandro e da profa. Soraya. Pela parceria no MEV do trabalho do prof. Tabata sobre a influência da maquiagem na adesão à cerâmica, o qual será apresentado no IADR de 2019. Pela parceria no estudo sobre tempos e concentrações do HF em diferentes cerâmicas com o Roberto Zangirolami e o prof. Leandro. Também agradeço à profa. Nailê pela orientação na revisão sistemática sobre incidência e prevalência de cárie radicular. Agradeço ainda pela oportunidade de ajudar a Laís no seu TCC, que foi apresentado no SBPQO. E desde já, agradeço pelas parcerias futuras.

À profa. Aline que permitiu a minha participação na clínica para que eu pudesse aprimorar as minhas habilidades em prótese A profa. Loise, pela oportunidade de participar de um estudo *cross sectional* em paciente diabéticos com lesões endodônticas, que será apresentado no IADR de 2019. Pela responsabilidade de orientar alunos na confecção de painéis sobre anatomia dentária. E pelo aprendizado da utilização do ozônio na Endodontia.

Às profas. Liliana e Fernanda pelo livre acesso às clínicas de prótese fixa e Trauma, onde pude documentar casos muito interessantes.

Agradeço à CAPES pela bolsa e ao apoio financeiro para participação de evento internacional concedido pela FAP-DF para minha participação no IADR de 2018 em Londres.

Agradeço a todos que não foram citados, mas que contribuíram para o encerramento desse ciclo.

*“Hard work beats talent  
when talent doesn’t work hard”*

*Tim Nortke*

## RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da contaminação e dos diferentes métodos de limpeza na resistência de união entre cimento resinoso e cerâmicas vítreas. Fatias de cerâmica à base de dissilicato de lítio e cerâmica feldspática foram embutidas em resina acrílica, polidas e condicionadas com HF 5% por 20s e 60s respectivamente, e alocadas nos grupos conforme métodos de limpeza e contaminação: SA (silano, saliva, água); WA (saliva, água, silano); AL (saliva, álcool 70%, silano); PA (saliva, ácido fosfórico 35%, silano); IC (saliva, pasta de limpeza, silano), CT (somente silano, sem contaminação), NEG (saliva, silano). Todos os grupos, exceto CT foram imersos em saliva por 60s, receberam spray ar-água e jato de ar; NEG não recebeu spray, somente contaminação seguida de jato de ar. Após os tratamentos de superfície, todos os grupos receberam uma camada de adesivo. Tubos de amido ( $\varnothing$  0,8mm) foram posicionados e preenchidos com cimento resinoso e fotopolimerizados. 32 espécimes foram produzidos para cada grupo de cada cerâmica. Metade dos espécimes foram armazenados em água destilada por 24h a 37°C e a outra metade foi submetida a 5000 ciclos de termociclagem (5-55°C). A resistência de união foi mensurada pelo teste de microcisalhamento e os dados foram analisados por ANOVA dois critérios ( $\alpha=0,05$ ). Os padrões de fratura foram observados no microscópio confocal. Espécimes adicionais foram avaliados utilizando MEV e EDX. Para cerâmica à base de dissilicato de lítio, não houve diferença estatística significativa entre os métodos de limpeza ( $p=0,39$ ) ou efeito da termociclagem ( $p=0,86$ ) e o padrão de fratura mais comum foi o adesivo. Para cerâmica feldspática, também não houve diferença estatística significativa entre os métodos de limpeza ( $p=0,56$ ), mas houve efeito da termociclagem ( $p=0,03$ ). Houve redução da resistência de união nos grupos CT e WA, após termociclagem. A cerâmica feldspática apresentou fraturas adesivas, mistas e coesivas na cerâmica. MEV e EDX não mostraram diferenças importantes na topografia e distribuição química entre controle, métodos de limpeza e contaminação, em ambas cerâmicas. Não houve influência da contaminação salivar e dos métodos de na resistência de união entre cerâmicas vítreas e cimento resinoso.

**Palavras-chave:** saliva; cerâmica.; cimentação

## ABSTRACT

The aim of this study was evaluate the effect of saliva contamination and cleaning protocols on bond strength between resin cement and glass ceramics. Slices of lithium disilicate and feldspathic ceramic were embedded in acrylic resin, polished, etched with HF 5% for 20s and 60s respectively, and distributed into groups according to cleaning protocols and saliva contamination: SA (silane, saliva, water); WA (saliva, water, silane); AL (saliva, ethanol 70%, silane); PA (saliva, phosphoric acid 35%, silane); IC (saliva, cleaning paste, silane), CT (just silane, no contamination), NEG (saliva, silane). All groups, except CT were immersed in saliva for 60s, water sprayed and air-dried; NEG was not water sprayed, just air-dried. After surface treatments, for all groups, an adhesive was applied. Starch tubes ( $\varnothing$  0.8mm) were filled with a resin cement and light-cured. 32 specimens were produced for each group and each ceramic. Half of specimens were stored in deionized water at 37°C for 24h and the other half underwent 5000 cycles of thermocycling (5-55°C). Bond strength testing was performed by microshear and data were analyzed using two-way ANOVA ( $\alpha=0.05$ ). Fracture patterns were observed using confocal microscope. Additional specimen surfaces were evaluated using SEM and EDX. For lithium disilicate ceramic, there were no significant differences between cleaning protocols ( $p=0.39$ ) or effect of thermocycling ( $p=0.86$ ) and the most common fracture pattern was adhesive. For feldspathic ceramic, there were no significant differences between cleaning protocols ( $p=0.56$ ), but there was effect of thermocycling ( $p=0.03$ ). There was bond strength reduction at groups CT and WA, after thermocycling. Feldspathic ceramic obtained adhesive, mixed and cohesive in ceramic fractures. EDX and SEM showed no important differences in topography and chemical distribution between control, cleaning groups and saliva contamination in both ceramics. Saliva contamination and cleaning protocols did not influence bond strength between glass ceramics and resin cement.

**Keywords:** saliva; ceramic; cementation.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Corte das cerâmicas .....	29
Figura 2 - Inclusão das cerâmicas em resina acrílica nos tubos PVC .....	30
Figura 3 - Polimento dos blocos .....	30
Figura 4 - Condicionamento ácido da cerâmica .....	31
Figura 5 - Protocolo grupo CT .....	31
Figura 6 - Protocolo grupo NEG .....	32
Figura 7 - Protocolo grupo SA .....	32
Figura 8 - Protocolo grupo WA .....	33
Figura 9 - Protocolo grupo AL .....	33
Figura 10 - Protocolo grupo PA .....	34
Figura 11 - Protocolo grupo IC .....	34
Figura 12 - Sequência do processo adesivo .....	36
Figura 13 - Esquema dos tratamentos de superfície das amostras submetidas ao teste de resistência de união por microcissalhamento. ....	37
Figura 14 - Sequência de etapas após o envelhecimento artificial de 24h/termociclagem.....	37
Figura 15 - Protocolo CT para EDX.....	38
Figura 16 - Protocolo NEG para EDX.....	38
Figura 17 - Protocolo CT+S para EDX .....	38
Figura 18 - Protocolo SA para EDX.....	39
Figura 19 - Protocolo WA para EDX.....	39
Figura 20 - Protocolo AL para EDX .....	40
Figura 21 - Protocolo PA para EDX.....	40
Figura 22 - Protocolo IC para EDX.....	41
Figura 23 - MEV e EDX.....	41
Figura 24 - Esquema representativo dos tratamentos de superfície das amostras submetidas ao MEV e EDX.....	42
Figura 25 - Padrões de fratura analisados por microscópio confocal (5x) encontrados em cerâmica à base de dissilicato de lítio.....	47
Figura 26 - Padrões de fratura analisados por microscópio confocal (5x) encontrados em cerâmica feldspática.....	48

Figura 27 - Fotomicrografias da cerâmica à base de dissilicato de lítio com magnificação de 5000x ..... 49

Figura 28 - Fotomicrografias da cerâmica feldspática com magnificação de 2000x. 50

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição dos materiais utilizados no estudo.....	35
Tabela 2 – Média dos valores de resistência de união (MPa) dos diferentes grupos de cerâmica à base de dissilicato de lítio após 24h ou 5000 termociclos.....	44
Tabela 3 – Média dos valores de resistência de união (MPa) dos diferentes grupos de cerâmica feldspática após 24h ou 5000 termociclos.....	45
Tabela 4 – Distribuição dos padrões de fraturas da cerâmica à base de dissilicato de lítio.....	46
Tabela 5 – Distribuição dos padrões de fraturas da cerâmica feldspática.....	46
Tabela 6 – Composição química (mass% e atom%) das amostras de cerâmica à base de dissilicato de lítio analisadas pelo EDX.....	51
Tabela 7 – Composição química (mass% e atom%) das amostras de cerâmica feldspática analisadas pelo EDX.....	52

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MDP – metalocriloxidecil dihidrogênio fosfato

HF – ácido fluorídrico

PA ou  $H_3PO_4$  – ácido fosfórico

NaOCl – hipoclorito de sódio

IC – Ivoclean

ABF – bifluoreto de amônio

APF – flúor fosfato acidulado

MEP – Monobond Etch and Prime

$Al_2O_3$  – óxido de alumínio

MEV – microscopia eletrônica de varredura

EDX – espectroscopia por energia dispersiva de raios X

TBS – resistência de união à tração

$\mu$ TBS – resistência de união à microtração

SBS – resistência de união ao cisalhamento

$\mu$ SBS – resistência de união ao microcisalhamento

TC – termociclagem

US – banho ultrassônico

Fotopol – fotopolimerização

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>14</b>
1.1	JUSTIFICATIVA	15
1.2	OBJETIVOS	16
1.3	HIPÓTESES	16
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA</b>	<b>17</b>
2.1	ADESÃO ÀS CERÂMICAS VÍTREAS	15
2.2	CONTAMINAÇÃO POR SALIVA	20
2.3	DESCONTAMINANTES	21
2.3.1	Jato adicional de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ )	22
2.3.2	Jato de bicarbonato de sódio	22
2.3.3	Ácido fluorídrico (HF)	22
2.3.4	Ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ )	23
2.3.5	Ivoclean (IC)	24
2.3.6	Hipoclorito de sódio (NaOCl)	26
2.3.7	Álcool	26
2.3.8	Acetona	27
2.3.9	Água	28
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA</b>	<b>29</b>
3.1	PREPARO DAS AMOSTRAS PARA MICROCISALHAMENTO	29
3.2	ENSAIO DE MICROCISALHAMENTO	35
3.3	ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDX)	38
3.4	ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA	42
3.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA	43
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b>	<b>44</b>
4.1	RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO	44
4.2	DISTRIBUIÇÃO DOS PADRÕES DE FRATURA	45
4.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDX	49
<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO</b>	<b>53</b>
<b>6</b>	<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS</b>	<b>65</b>
	REFERÊNCIAS	66
	PRESS RELEASE	75

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, graças à evolução das suas propriedades mecânicas e dos mecanismos de adesão restaurações cerâmicas têm sido empregadas na Odontologia para restaurar função, saúde e aprimorar a estética. Dentro dos inúmeros tipos de cerâmicas, podemos destacar duas grandes classes: as de matriz policristalina como a zircônia; e as de matriz vítrea, como o dissilicato de lítio e a feldspática [1].

Anteriormente, a zircônia era indicada somente para dentes posteriores, devido a sua alta opacidade, mas hoje já é possível confeccionar restaurações de zircônia com alta translucidez. Atualmente, o mecanismo mais aceito de adesão à zircônia é micromecânico e químico. O primeiro obtido pelo jateamento de alumina [2] ou pela silicatização. E o segundo obtido por meio de primer/silano contendo metalocriolixidecil dihidrogênio fosfato (MDP) [3,4].

Já as cerâmicas vítreas, por serem ricas em sílica, são ácido sensíveis; logo, são passíveis de condicionamento ácido [5]. Estudos mostram que o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) dissolve a fase vítrea, expõe a estrutura cristalina, aumenta a rugosidade, a porosidade e a área de superfície [6], o que melhora a resistência de união. A peça condicionada proporciona a interação com o silano, que é o agente de união. Dessa forma, pode ser cimentada adesivamente.

O silano é uma molécula bifuncional que faz uma ligação entre o componente orgânico (resina) e o inorgânico (cerâmica) [7]. Sua terminação monomérica liga-se ao grupo metacrilato da resina e a outra terminação do silano interage com os óxidos de sílica (pontes siloxânicas) [8]. Além disso, o silano melhora o molhamento da superfície cerâmica [9,10] e sua interação com o cimento resinoso.

É sabido que durante o momento da prova seca e molhada da peça cerâmica é comum ocorrer alguma contaminação por saliva e alguns estudos mostram que isso pode interferir na adesão, pois mesmo com a limpeza, resíduos de proteínas salivares ainda permanecem [9,11-15]. A fim de transpor esse obstáculo, os efeitos dos métodos de descontaminação têm sido estudados. Os descontaminantes mais utilizados são o jateamento adicional [2], condicionamento com ácido fosfórico 37% ( $H_3PO_4$ ) [16], pasta de limpeza Ivoclean (IC) [17,18], hipoclorito de sódio (NaOCl) [2], álcool e água [2].

Embora exista uma grande variedade de descontaminantes no mercado, a literatura é muito controversa acerca do efeito da contaminação e da limpeza das cerâmicas. Cabe ressaltar que muitos cirurgiões-dentistas não possuem o equipamento para fazer jateamento em consultório. Além disso, estamos na era da simplificação de etapas, então é comum que o dentista já receba do laboratório de prótese a peça previamente tratada (seja com HF e silano, ou ao menos condicionada). Conseqüentemente, a peça tratada é provada no paciente e contaminada com saliva, sangue, pasta *try-in*. Entretanto, existem poucos trabalhos que investiguem o efeito da contaminação e limpeza após o tratamento completo de superfície. Dessa forma, no presente estudo será avaliado o efeito da contaminação e da descontaminação na resistência de união entre cimento resinoso fotopolimerizável e cerâmicas vítreas previamente tratadas.

Apesar de ser um estudo laboratorial, há uma motivação clínica: a busca por uma maneira de descontaminar a cerâmica sem prejudicar a adesão da restauração ao cimento, independentemente se o tratamento de superfície foi previamente realizado ou não, haja vista que a contaminação por saliva durante os procedimentos clínicos de provas e ajustes é, muitas vezes, inevitável. As hipóteses nulas testadas foram: (1) a contaminação por saliva não interfere na resistência de união; (2) os métodos de limpeza não são diferentes entre si; (3) todos os métodos de descontaminação são efetivos; (4) a termociclagem não interfere na resistência de união.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

O presente trabalho, ainda que *in vitro*, propõe-se solucionar o impasse que muitos clínicos enfrentam quando ocorre contaminação da peça cerâmica durante o procedimento de cimentação adesiva. Haja vista que a literatura não é muito clara acerca da efetividade do método de limpeza e se a saliva realmente interfere na adesão.

## 1.2 OBJETIVOS

O presente estudo teve como objetivos:

- Avaliar se a contaminação por saliva interfere na adesão;
- Avaliar se os métodos de limpeza interferem na resistência de união;
- Avaliar se os métodos de descontaminação salivar são efetivos;
- Avaliar se a termociclagem interfere na adesão.

## 1.3 HIPÓTESES

E as hipóteses nulas testadas foram:

- A contaminação por saliva não interfere na resistência de união;
- Os métodos de limpeza não são diferentes entre si;
- Os métodos de descontaminação são efetivos;
- A termociclagem não interfere na resistência de união.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 ADESÃO ÀS CERÂMICAS VÍTREAS

Com o crescimento da Odontologia Baseada em Evidências e difusão da Odontologia de Mínima Intervenção, os procedimentos restauradores estão cada vez mais conservadores, preservando a estrutura sadia do dente e, por conseguinte, deslocando a responsabilidade da retenção da restauração para a adesão. Essa adesão pode ser conceituada como a atração molecular (ou atômica) entre dois substratos promovida pela força de atração interfacial de moléculas diferentes (ou átomos); esse fenômeno pode ocorrer via física, mecânica (interpenetração estrutural), química ou a combinação das três formas [19].

Pode-se dizer que o sucesso da restauração depende do procedimento adesivo, do tipo de cerâmica, do tratamento de superfície, do silano, do adesivo e do cimento. A literatura descreve diversos tratamentos de superfície da cerâmica como jateamento com óxido de alumínio [20,21]; asperização com pontas abrasivas ou brocas diamantadas [22]; lasers [23]; silicatização [24]; e condicionamento com ácido contendo flúor como o bifluoreto de amônio (ABF), o flúor fosfato acidulado (APF) e o ácido fluorídrico [25]. Este último é considerado o padrão ouro para cerâmicas vítreas [10].

É sabido que as cerâmicas de matriz vítrea como as de dissilicato de lítio e feldspáticas são ricas em sílica [1]; portanto são ácido sensíveis e passíveis de condicionamento ácido [5]. Sabemos que o ácido fluorídrico age dissolvendo a fase vítrea, criando microporosidades, aumentando a rugosidade e a área de superfície, expondo os cristais cerâmicos, aumentando a resistência de união [6,26]. A alteração na topografia da superfície resulta em mudanças na área de superfície e no molhamento, o que aumenta a energia de superfície e o potencial adesivo à resina [25]. Dessa forma, a cerâmica condicionada permite a interação com o silano e interpenetração do cimento, por fim permitindo a cimentação adesiva.

Apesar do HF ser comercializado em concentrações que variam de 4,8 a 10%, a literatura mostra que quanto maior o tempo de uso e a concentração do ácido, mais agressivo será o padrão morfológico de condicionamento da superfície e maior a dissolução da fase vítrea, a profundidade de condicionamento, a perda de estrutura e a redução da resistência flexural [27,28]. Recomenda-se a utilização do ácido na concentração de 5%, em razão do padrão de condicionamento da superfície obtido ser mais suave que o da concentração a 10%; e mesmo assim não afetar negativamente a adesão [28]. Os subprodutos ou precipitados após o uso do HF, conhecidos como sais de fluoreto de sílica, podem interferir na adesão; para contornar esse empasse, os pesquisadores relatam a aplicação de ácido fosfórico por 1min seguido de banho ultrassônico [29], somente banho ultrassônico em água destilada durante 5min [28] ou spray ar-água por 30s [30,31] como sendo efetivos.

A literatura recomenda o condicionamento com HF seguido de silanização [8,10,26]. A silanização da peça previamente condicionada aumenta a resistência de união, em razão da bifuncionalidade das terminações do silano; este apresenta a habilidade de ligar-se ao grupo metacrilato do cimento resinoso (parte orgânica) e aos óxidos de sílica da cerâmica (parte inorgânica), originando as pontes siloxânicas [7,8]. Ou seja, o grupo inorgânico do silano é hidrolisado, produzindo silanol, o qual forma a ligação siloxana com o material inorgânico; já o grupo orgânico reage com o material orgânico para produzir a ligação covalente [32]. Cabe ressaltar ainda que o aumento do *cross-linking* da estrutura siloxânica com os monômeros adesivos eleva o molhamento da superfície cerâmica [9].

A respeito do mecanismo de ação do silano [7], podemos concluir que há duas partes críticas na adesão: a primeira é a ligação formada entre silano e substrato ativada pelo ácido e a segunda é a ligação entre silano e resina pela fotopolimerização. O silano ativado pelo ácido forma os grupos silanóis, os quais reagem com os grupos hidroxilas (-OH) do substrato por reação de condensação ( $\text{Si-OH} + \text{HO-substrato} \Rightarrow \text{Si-O-substrato}$ ). A reação entre os grupos organofuncionais do silano (com a ligação C=C) e os grupos funcionais dos monômeros resinosos contendo ligação C=C é induzida pela geração de radicais livres através da fotoativação de componentes iniciadores na matriz resinosa. O iniciador decompõe-se em radicais livres de alta energia, espécies de radicais reativos reagem com as ligações C=C no monômero resinoso ou na molécula do

silano para gerar radicais livres. A reação desses radicais livres entre monômeros resinosos e silano formam uma nova ligação C-C sigma. Por conseguinte, a resina e o substrato são conectados ao silano.

Já foi pensado em substituir o HF seguido de silanização por somente silano com tratamento térmico (por forno ou jato de ar quente) alegando que o calor auxiliaria na velocidade da reação de condensação silano-sílica, induzindo a formação de ligações covalentes; todavia o tratamento térmico não provocou impacto na resistência de união [32].

O HF é responsável pela natureza micromecânica da adesão e o silano pela natureza química. Sugere-se que a adesão química seja mais importante que a mecânica. A melhora da durabilidade da adesão de cerâmicas vítreas silanizadas é resultante do aumento da área de adesão química na superfície cerâmica condicionada e subsequente redução da velocidade da degradação do silano ao invés da retenção mecânica da superfície condicionada [33].

O emprego de silano contendo monômeros fosfatados ácidos como o 10-dodecilmecrilato dihidrogênio fosfato (10-MDP) pode melhorar a adesão, devido a sua habilidade de quelar cátions metálicos (principalmente em cerâmicas policristalinas) [34]. O MDP pode estar na composição do silano, do adesivo universal e até mesmo no cimento resinoso. É considerado o monômero padrão ouro para adesão à cerâmica, em razão da sua capacidade de ligação química com o substrato [4]. O mecanismo de ação ainda é incerto, mas sugere-se que MDP interaja com o substrato inorgânico como a sílica da matriz vítrea das cerâmicas condicionáveis [35].

Uma revisão sistemática [36] comparou a resistência de união de cerâmicas tratadas com adesivos universais com silano incorporado ou adesivo e silano aplicados separadamente; e concluiu que o condicionamento com HF e a aplicação de silano separado do adesivo universal apresenta melhor adesão. Isso pode ser justificado pelo fato da presença do MDP, do Bis-GMA e do silano no mesmo frasco influenciar a função do silano. O pH ótimo do silano pode ser alterado quando inserido na solução ácida do adesivo, causando a reação de autocondensação e formação prematura (hidrólise) da sua forma ativa (silanol). Além disso, o Bis-GMA pode impedir a reação do silano com a hidroxila da cerâmica; assim, tudo isso contribui para a instabilidade do silano. Cabe enfatizar que a pequena quantidade de

silano presente no adesivo seria insuficiente para promover a adesão à cerâmica por si só.

A utilização do HF tem sido questionada devido ao seu poder corrosivo nos tecidos moles, ocasionando queimaduras severas, hipocalcemia e toxicidade sistêmica [37]. Apesar de não existir relatos de acidentes com essa substância em Odontologia; outras áreas da saúde relatam sinais e sintomas agudos e crônicos relacionados ao contato, ingestão e inalação; como dano ocular, queimadura dos dedos e pele e até morte [38]. Essa possibilidade de dano inviabiliza o reparo intraoral de restaurações cerâmicas com o HF.

Buscando uma alternativa para o uso do HF, otimização do tempo do cirurgião-dentista, simplificação e amenização da sensibilidade da técnica adesiva ao reunir o condicionamento da superfície e silanização em um único frasco, foi introduzido no mercado o primer cerâmico autocondicionante (Monobond Etch and Prime - MEP). Esse produto prega um protocolo simplificado para o tratamento de superfície de cerâmicas vítreas; ou seja, condiciona e silaniza em passo único; consiste na aplicação ativa por 20s, espera de 40s, lavagem com spray ar-água e secagem. Ele é composto por polifluoreto de amônio e seu mecanismo de ação ainda não é conhecido perfeitamente. Alguns estudos apontam resultados comparáveis ao método convencional [39-41]. Já outros mostram que condicionamento ácido seguido de silano resulta em maior resistência de união e também mostram que o MEP proporciona padrão de microporosidade da superfície cerâmica menos pronunciado que o padrão ouro, HF [42].

## 2.2 CONTAMINAÇÃO POR SALIVA

Alguns dentistas recebem a restauração de cerâmica vítrea já condicionada e silanizada pelo técnico de laboratório, ou simplesmente preparam a peça antes do atendimento do paciente a fim de otimizar o tempo clínico. Dessa forma, ocorre a simplificação da sessão clínica, reduzida à prova, ao ajuste e à cimentação. Entretanto, durante a etapa da prova, na maioria dos casos, ocorre algum tipo de contaminação pela saliva, mesmo que muito breve.

A saliva é composta por componentes orgânicos como as proteínas salivares, moléculas enzimáticas, bactérias, restos alimentares e por componentes inorgânicos como íons minerais em água [43]. Ou seja, ela consiste em uma solução aquosa com proteínas, bactérias e restos alimentares [12]. Assim, a adsorção das proteínas salivares ocorre na superfície dentária e também nos materiais restauradores após o contato com a saliva [44,45]. Logo, os grupos fosfatos da saliva, na forma de fosfolípidios, ligam-se ativamente à superfície da cerâmica [2].

Substratos sólidos como dentina, esmalte e materiais restauradores (por exemplo as cerâmicas) apresentam diferentes polaridades e propriedades físicas que afetam a adesão às proteínas salivares [46]. A adesão dessas proteínas salivares ao dente e materiais dentários resulta na formação da película adquirida de 10-20nm de espessura e livre de bactérias em poucos minutos; com o passar do tempo, ocorre o aumento da espessura da camada proteica que alcança 100 a 1000nm entre 30 a 19min [47].

Durante os procedimentos clínicos, a contaminação da superfície interna da cerâmica com saliva e outros debris é inevitável. Essa contaminação tende a enfraquecer a adesão ao cimento resinoso [12,48]. Por isso, alguns autores recomendam que a prova da cerâmica sobre o preparo e escolha da cor do cimento resinoso (provas seca e molhada) sejam realizadas antes do tratamento de superfície da peça, pois os contaminantes na superfície cerâmica reduziram o potencial adesivo [49]. Com o objetivo de transpor esse obstáculo, surgiram vários métodos de descontaminação de cerâmicas previamente à cimentação.

Devido às diferenças metodológicas, não há consenso sobre quais sejam os melhores descontaminantes. Apesar do presente trabalho versar sobre cerâmicas vítreas, a maioria dos estudos sobre protocolos de descontaminação utilizam a zircônia como substrato, portanto esses estudos também serão abordados nessa revisão de literatura. Alguns exemplos serão discutidos a seguir.

### 2.3 DESCONTAMINANTES

### 2.3.1 Jato adicional de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Esse método é predominantemente utilizado em cerâmicas policristalinas. Alguns trabalhos [2,11-13,44] mostram que o jateamento de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  da zircônia é um método efetivo na remoção de contaminantes, pois as amostras apresentaram resistência de união semelhante ao controle sem contaminação. Sugere-se que além de remover os contaminantes, o jato expõe uma superfície fresca para a adesão pela remoção mecânica da cerâmica superficial, contribuindo para uma ávida adesão da cerâmica ao material resinoso com MDP [13]. Não foram encontrados estudos desse descontaminante em cerâmicas vítreas.

Entretanto, esse jateamento adicional de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pode ser controverso; haja vista que essas partículas podem ter efeito deletério na transformação de fase da zircônia, deixando-a enfraquecida [50].

### 2.3.2 Jato de bicarbonato de sódio

Também já foi pesquisado o efeito do jato de bicarbonato na descontaminação da superfície cerâmicas à base de dissilicato de lítio contaminada com saliva; entretanto o estudo [51] mostrou que esse método não foi efetivo e reduziu a resistência de união do cimento à cerâmica a curto e a longo prazo se comparado com os controles, inclusive o negativo. Infere-se que as partículas de bicarbonato de sódio remanescentes na cerâmica condicionada previamente com HF 5% impeçam a formação de ligações químicas e micromecânicas [51].

### 2.3.3 Ácido fluorídrico (HF)

O papel do HF na adesão às cerâmicas vítreas é muito conhecido na literatura e os trabalhos o utilizam em diferentes concentrações, as mais comuns são 4,8, 5, 9 e 10%. Em contradição à recomendação do fabricante de cerâmicas à base

de dissilicato de lítio (tempo de uso de 20s apenas), o tempo foi extrapolado. Foi investigado qual seria o efeito de uma segunda reaplicação após a contaminação com saliva. Esse método não influenciou a resistência de união negativamente e as imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) comparando a superfície condicionada uma única vez com a recondicionada após a contaminação não apresentaram diferenças visíveis [51]. Entretanto, o referido estudo não desempenhou um teste que medisse se a limpeza foi efetiva quimicamente como o XPS/EDX/EDS; nem um teste que mensurasse a profundidade de condicionamento, pois sabemos como um sobrecondicionamento pode provocar dano à microestrutura da cerâmica [28].

Um outro aspecto que deve ser levado em consideração é a segurança do dentista e paciente, haja vista o potencial corrosivo do ácido fluorídrico como já foi descrito anteriormente [38]. Em outro trabalho, a resistência de união de cerâmica à base de dissilicato de lítio recondicionada com HF 9%, após contaminação salivar, foi semelhante ao grupo controle sem contaminação; e também não foi reduzida com a termociclagem (1500 ciclos) [52].

#### 2.3.4 Ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ )

O ácido fosfórico foi consagrado como padrão ouro de condicionamento de esmalte dentário. Entretanto, a contaminação do esmalte condicionado por saliva constitui-se numa importante razão para falha adesiva [11]. Um experimento [53] mostra que quando o tempo de contaminação é inferior a 1 segundo, o contaminante pode ser removido por lavagem com água. Entretanto, quando o tempo for maior, há formação de uma película orgânica que não é passível de remoção por água, sendo necessário, recondicionamento do dente [53]. Surgiu a dúvida sobre o efeito da contaminação da saliva na cerâmica e se o  $H_3PO_4$  teria algum papel importante.

Dessa forma, o efeito do ácido fosfórico na cerâmica também foi investigado. Há um estudo [11] que mostra que, após a contaminação com saliva e silicone, a resistência de união a tração (TBS) da zircônia condicionada duas vezes por 30 segundos a curto prazo foi estatisticamente maior que a condicionada uma vez por 60 segundos; mas a longo prazo (150 dias e 37500 ciclos de termociclagem) não

houve diferença significativa. Todavia, há um estudo com cerâmica à base de dissilicato de lítio [16] que utilizou o ácido por 60 segundos e, ainda sim, o resultado foi semelhante ao controle sem a contaminação salivar; a adesão imediata foi efetiva, mas após 5000 ciclos houve redução da resistência de união ao cisalhamento (SBS).

O mecanismo de ação do  $H_3PO_4$  não é completamente conhecido, mas acredita-se que o ácido penetre na película salivar e condicione a superfície da cerâmica subjacente permitindo assim o desprendimento do filme salivar [54]. Sugere-se também que ele desprenda as proteínas da superfície cerâmica por coagulação, e a subsequente lavagem com água remova as partículas coaguladas [55].

A limpeza com o ácido fosfórico foi efetiva em dissilicato de lítio (previamente condicionado ou não) tanto utilizando o produto por 60s, como em duas aplicações de 30s [51]. Também avaliaram o efeito da contaminação por saliva em cerâmica para facetas e concluíram que o método mais benéfico para a limpeza foi o tratamento com ácido fosfórico 35% por 60s e a reaplicação do silano [54,56].

Em se tratando de cerâmica à base de dissilicato de lítio, contaminada com saliva e sem tratamento prévio de superfície (HF + silano), a descontaminação com ácido fosfórico por 30s e a com HF por 60s, seguida da aplicação de adesivo universal e silano restabeleceram a resistência de união; sendo que os resultados de HF foram os maiores TBS [57].

Já em zircônia, alguns autores entendem que, após a utilização do ácido fosfórico, os resíduos fosforosos impedem a adesão ao cimento resinoso, apesar de remover a contaminação [2,12,14]. E também, esses resíduos competem com o MDP pelos sítios de ligação na superfície cerâmica [2]. Provavelmente, o ácido fosfórico diminui a energia de superfície da zircônia [12,13,58]. Considerando todos esses fatores, o resultado seria a redução da resistência de união.

### 2.3.5 Ivoclean (IC)

Segundo o fabricante, Ivoclean é uma pasta de limpeza universal de cerâmicas vítreas e policristalinas. Consiste em uma suspensão alcalina de óxido de

zircônia que remove da cerâmica os fosfatos salivares por adsorção. As partículas de zircônia do produto entram em contato com a cerâmica contaminada, as fosfoproteínas da saliva são adsorvidas às partículas aumentando área de superfície e conseqüentemente limpando a superfície da cerâmica. As proteínas adsorvidas são desprendidas por dessorção da superfície das cerâmicas vítreas para as partículas de limpeza; a subsequente lavagem com água remove as partículas dessorvidas [55].

A instrução do fabricante se fundamenta na aplicação do produto por 20s; nesse período as proteínas adsorvidas são desprendidas da superfície cerâmica por dessorção ou coagulação em direção às partículas de limpeza [20]; a lavagem subsequente por 15s seguida da secagem com jato de ar por 10s é capaz de remover as proteínas coaguladas ou dessorvidas [16]. Existem trabalhos que suportam a sua efetividade em vários tipos de cerâmica [16,17].

O Ivoclean foi capaz de manter adequadamente a resistência de união ao cisalhamento de zircônia após termociclagem (5000 ciclos) e após 150 dias de armazenamento em água se comparado ao grupo controle sem contaminação por saliva [18]. Em um outro estudo em zircônia, o Ivoclean obteve boa resistência de união inicialmente, mas após 10000 ciclos de termociclagem, os valores da resistência de união foram estatisticamente inferiores ao grupo controle [2]. Entretanto, em outro trabalho, o Ivoclean apresentou resistência de união maior que os métodos de limpeza com ácido fosfórico e lavagem com água a curto prazo em amostras contaminadas com saliva [17].

Em um estudo com cerâmicas à base de dissilicato de lítio, leucita e zircônia; o Ivoclean foi efetivo para zircônia contaminada com saliva, mas reduziu a resistência de união em cerâmicas à base dissilicato de lítio e leucita contaminadas [20].

A pasta de limpeza também conseguiu recuperar resistência de união em cerâmica à base de dissilicato de lítio no teste de cisalhamento após 24h e após termociclagem (5000 ciclos), se comparada ao controle sem contaminação com saliva [16]. O autor ainda sugere que devido a formulação do Ivoclean conter hidróxido de sódio, o produto seria capaz de dissolver proteínas salivares [16].

Um trabalho investigou a eficácia do Ivoclean em cerâmica à base de dissilicato de lítio pré-condicionada e contaminada com saliva por 20s e/ou por silicone por 3min, por meio da mensuração da resistência de união ao cisalhamento

após 3000 ciclos de termociclagem; dentre os métodos pesquisados (isopropanol 96%, ácido fosfórico 37% por 30s, condicionamento com HF 5% por 20 ou 120s, e Ivoclean), Ivoclean e a reaplicação do HF foram efetivos na limpeza de cerâmica à base de dissilicato de lítio devido ao aumento da resistência de união se comparado às amostras contaminadas por saliva [59].

### 2.3.6 Hipoclorito de sódio (NaOCl)

O hipoclorito de sódio tem sido muito empregado na Endodontia como solução irrigadora devido às capacidades proteolítica, antimicrobiana e removedora da *smear layer* orgânica. Existe um agente de limpeza à base de hipoclorito conhecido como AD Gel (ADG, Kuraray Noritake Dental, Tainai, Japão). Segundo Yoshida, o ADG é um método efetivo para remoção de contaminantes salivares na zircônia [2]; teoricamente, esse gel dissolveria a matéria orgânica da superfície cerâmica. Todavia, há literatura que suporta a tese de que o NaOCl residual possa interferir negativamente na adesão à estrutura dentária; principalmente, em razão da liberação de oxigênio [60]. Dessa forma, recomenda-se lavagem copiosa após a aplicação do ADG. Em um outro trabalho, o hipoclorito de sódio 0,5% foi efetivo na zircônia e na leucita contaminadas por saliva, mas resultou em redução da resistência de união em dissilicato de lítio [20].

### 2.3.7 Álcool

O álcool representa um dos descontaminantes mais acessíveis e mais utilizados pelos dentistas; seja para acender a lamparina, realizar a limpeza do local de trabalho, dos cones de guta percha ou das peças restauradoras indiretas.

Um estudo mostrou que a descontaminação com Isopropanol a 96% não recuperou a resistência de união em cerâmica à base de dissilicato de lítio se comparada ao controle sem contaminação com saliva a curto e a longo prazo [51]. Em outro trabalho, o uso do álcool 70% em cerâmica à base de dissilicato de lítio

não foi efetivo na remoção da saliva sob envelhecimento artificial ou não (24h e 5000 ciclos), pois a contaminação salivar no momento *try-in*, pode dificultar a penetração nas microretenções [16].

A resistência de união da cerâmica à base de leucita condicionada, silanizada, contaminada com saliva por 1min e limpa com álcool foi semelhante ao controle sem contaminação com saliva, a curto (24h) e longo prazo (150 dias) [61].

Em cerâmica feldspática previamente condicionada e silanizada, a contaminação por saliva e até mesmo por sangue não foi relevante, pois a resistência de união das amostras limpas com água, álcool 70% e ácido fosfórico 37% não foram diferentes do controle sem contaminação. Nesse mesmo trabalho, na cerâmica à base de dissilicato de lítio, a remoção da saliva por lavagem com água e com álcool obtiveram resistência de união semelhante ao controle. Cabe ressaltar que a reaplicação do silano não foi um passo significativamente relevante após a limpeza de ambas cerâmicas [62].

### 2.3.8 Acetona

De acordo com Yang [13], a limpeza de zircônia por imersão em acetona durante 15 segundos e lavagem com água por 15 segundos foram capazes de remover contaminantes de silicão, mas não salivares; isso foi visível nos resultados de XPS com picos de carbono e oxigênio; e nos baixos valores de resistência de união.

Nicholls [56] investigou a utilização de ácido fosfórico por 15 segundos e da acetona pelo mesmo tempo, após a contaminação da cerâmica para facetas (previamente condicionada e silanizada) com saliva por 1 minuto; o  $H_3PO_4$  apresentou resistência de união maior do que da acetona. Contudo, por ser muito antigo, esse estudo não apresentou uma metodologia que sugerisse a durabilidade, como a termociclagem ou o armazenamento úmido dos espécimes.

### 2.3.9 Água

Um estudo indica que a zircônia tem alto potencial de adsorção de fósforo; dessa forma as fosfoproteínas na saliva são fortemente adsorvidas na superfície dessa cerâmica, tornando difícil a remoção do contaminante por lavagem com água [13]. Todavia, em outro estudo, a utilização de spray ar-água por 20s após a contaminação com saliva na zircônia foi efetiva; no mesmo estudo, o emprego da água como método de descontaminação de saliva em cerâmica à base de dissilicato de lítio reduziu a resistência de união [20].

A resistência de união após 24h de cerâmica à base de leucita condicionada, silanizada, contaminada com saliva por 1min e limpa com spray de água por 10s obteve valor semelhante ao controle sem contaminação após 24h; entretanto, a resistência de união foi reduzida após 150 dias de armazenamento; no grupo limpo com água seguido de resilanização, a resistência de união foi constante a curto e longo prazo [61].

Com já mencionado em seção anterior, as cerâmicas à base de dissilicato de lítio e a feldspática contaminadas por saliva e descontaminadas com água obtiveram resistência de união semelhante ao grupo controle sem contaminação, independentemente de resilanização ou não após a limpeza [62]. Em outro trabalho, com cerâmica à base de dissilicato de lítio, a resistência de união das amostras contaminadas com saliva e limpas com spray ar-água em relação ao grupo controle em 24h foi mantida após 1500 ciclos de termociclagem [52].

### 3 METODOLOGIA

#### 3.1 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA MICROCISALHAMENTO

Blocos CAD/CAM de cerâmica feldspática (CEREC Blocs C PC, Sirona, Alemanha) e à base de dissilicato de lítio (e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram seccionados em 112 fatias com espessura de 3mm por um disco diamantado em baixa velocidade numa cortadeira (Micromet Evolution, Erios, Illinois, EUA) sob irrigação constante. As fatias de cerâmica à base de dissilicato de lítio foram cristalizadas em forno especial conforme recomendações do fabricante.



Figura 1 - Corte das cerâmicas. (A) cerâmica seccionada na cortadeira. (B) fatias de cerâmica após cristalização em forno especial.

As fatias foram embutidas com resina acrílica autopolimerizável incolor (VIPI Flash, São Paulo, Brasil), em tubos de PVC (Tigre 25x20, São Paulo, Brasil) com o auxílio de fita adesiva e placa de vidro.



Figura 2- Inclusão das cerâmicas em resina acrílica nos tubos PVC. (A) isolamento da placa de vidro com fita adesiva. (B) posicionamento das cerâmicas na placa e posterior posicionamento dos tubos de PVC circunscrevendo-as. (C) inserção da resina acrílica e espera do tempo de presa.

Após a polimerização da resina acrílica, a superfície dos blocos foi polida com lixas de carbeto de silício em granulações decrescentes (180, 320, 400, 600) sob constante irrigação numa politriz (Teclago, São Paulo, Brasil). Depois, foram levadas à cuba ultrassônica (Digital Ultrasonic Cleaner, Gnatus, São Paulo, Brasil) com água destilada por 5min. Os blocos confeccionados foram alocados aleatoriamente em 14 grupos para cada tipo de cerâmica. Cada grupo era composto por 4 blocos de PVC.



Figura 3 - Polimento dos blocos. (A) polimento do bloco na politriz. (B) banho ultrassônico em água destilada por 5min.

As cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% (HF 5%) (Condac 5%, Joinville, Brasil) segundo a recomendação do fabricante: cerâmica à base de dissilicato de lítio 20s e feldspática 60s, seguidas de spray ar-água por 15s. Além disso, foi realizado banho ultrassônico (US) em água destilada por 5min seguido de jato de ar.

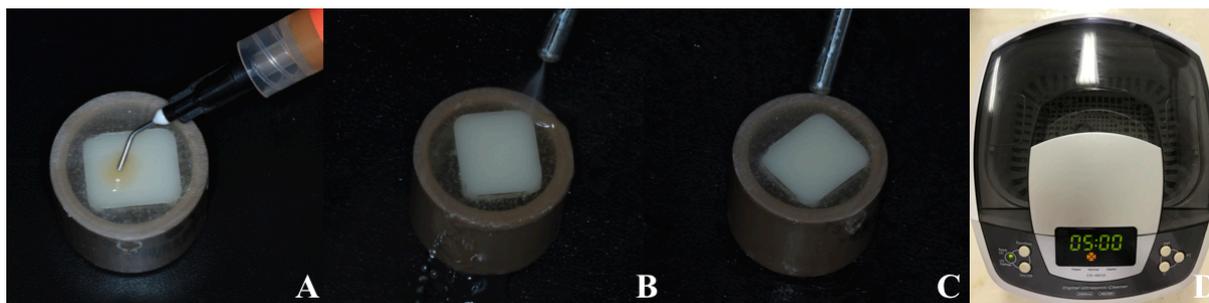


Figura 4 - Condicionamento ácido da cerâmica. (A) aplicação do HF 5% conforme tempo do fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) secagem com jato de ar. (D) Banho ultrassônico em água destilada por 5min.

Os protocolos de contaminação e descontaminação serão descritos e ilustrados abaixo:

- **CT:** aplicação do silano (Monobond N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 5.

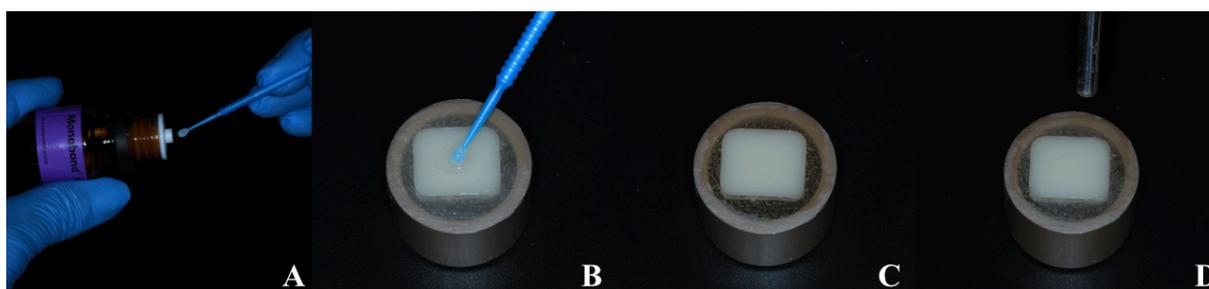


Figura 5 - Protocolo grupo CT. (A) dispensação do silano no microbrush. (B) aplicação do silano. (C) aguardar 1min. (D) jato de ar por 10s.

- **NEG:** imersão do bloco em saliva por 1min, secagem com jato de ar por 10s. A saliva foi obtida de um doador saudável (investigador principal) o qual se absteve de líquidos e alimentos por duas horas antes da coleta. Aplicação do

silano, aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 6.

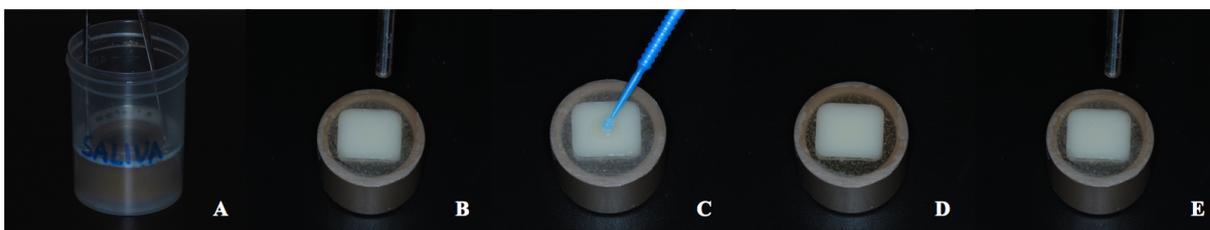


Figura 6 - Protocolo grupo NEG. (A) imersão na saliva por 1min. (B) secagem com jato de ar por 10s. (C) aplicação do silano. (D) aguardar 1min. (E) jato de ar por 10s.

- **SA:** Aplicação do silano, aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Imersão do bloco em saliva por 1min, spray para remoção do excesso e secagem com jato de ar por 10s. Lavagem com jato de água por 15s e secagem com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 7.

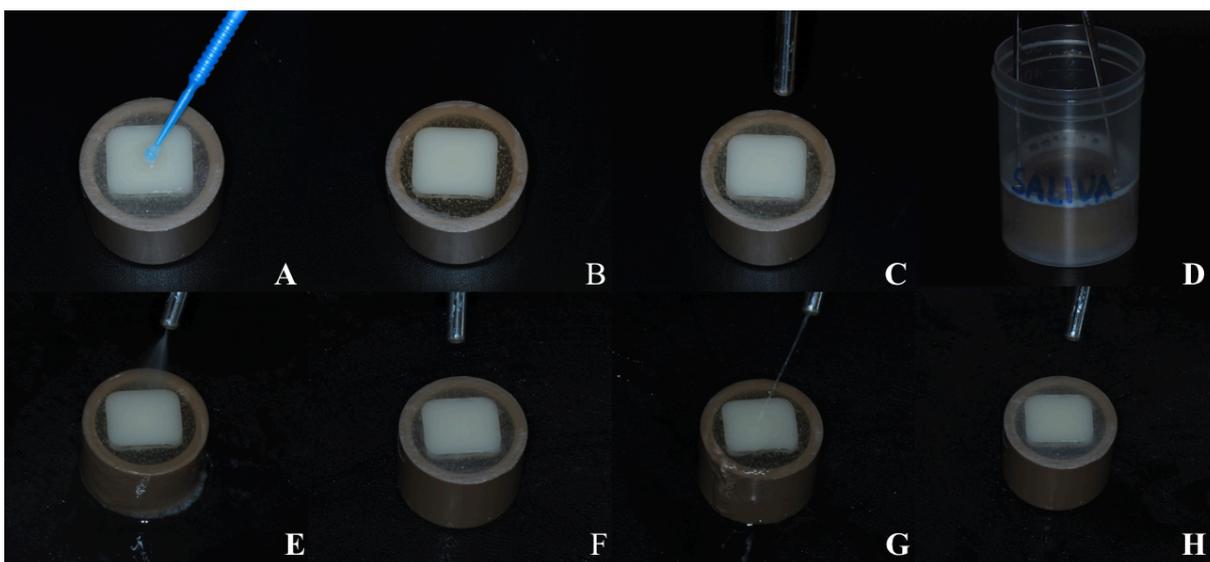


Figura 7 - Protocolo grupo SA. (A) aplicação do silano. (B) aguardar 1min. (C) jato de ar por 10s. (D) imersão na saliva por 1min. (E) spray por 10s. (F) secagem com jato de ar por 10s. (G) lavagem com jato de água por 15s. (H) secagem com jato de ar por 10s.

- **WA:** Imersão do bloco em saliva por 1min, spray para remoção do excesso e secagem com jato de ar por 10s. Lavagem com jato de água por 15s e secagem com jato de ar por 10s. Aplicação do silano, aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 8.

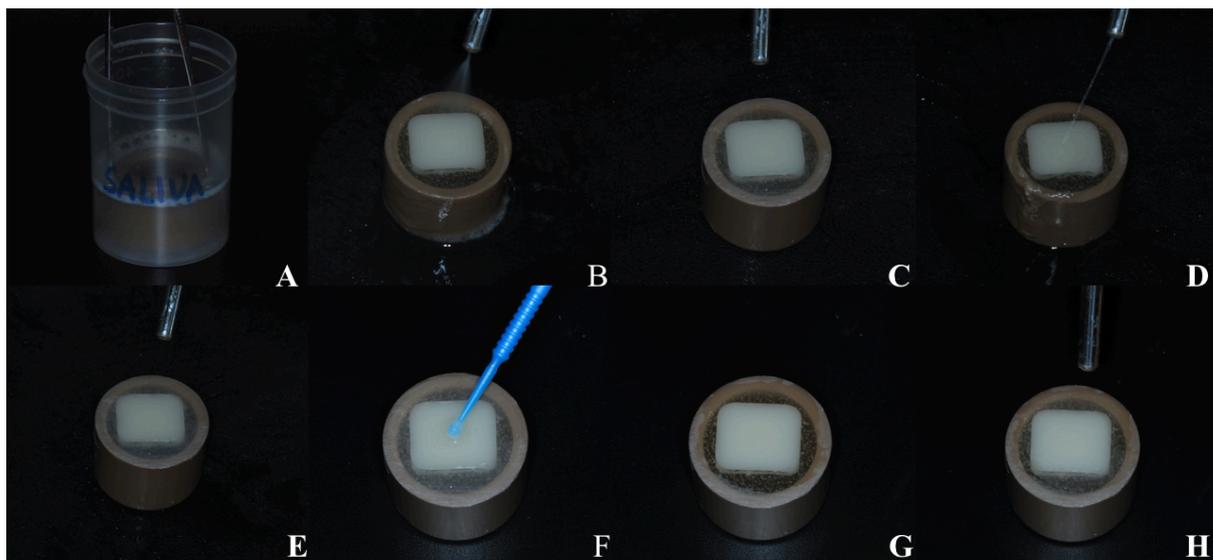


Figura 8 - Protocolo grupo WA. (A) imersão na saliva por 1min. (B) spray por 10s. (C) secagem com jato de ar por 10s. (D) lavagem com jato de água por 15s. (E) secagem com jato de ar por 10s. (F) aplicação do silano. (G) aguardar 1min. (H) jato de ar por 10s.

- **AL:** Imersão do bloco em saliva por 1min, spray para remoção do excesso e secagem com jato de ar por 10s. Imersão do bloco em álcool etílico 70% (Prolink, São José do Rio Preto, Brasil) por 2min, jato de água por 15s e secagem com jato de ar por 15s. Aplicação do silano, aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 9.

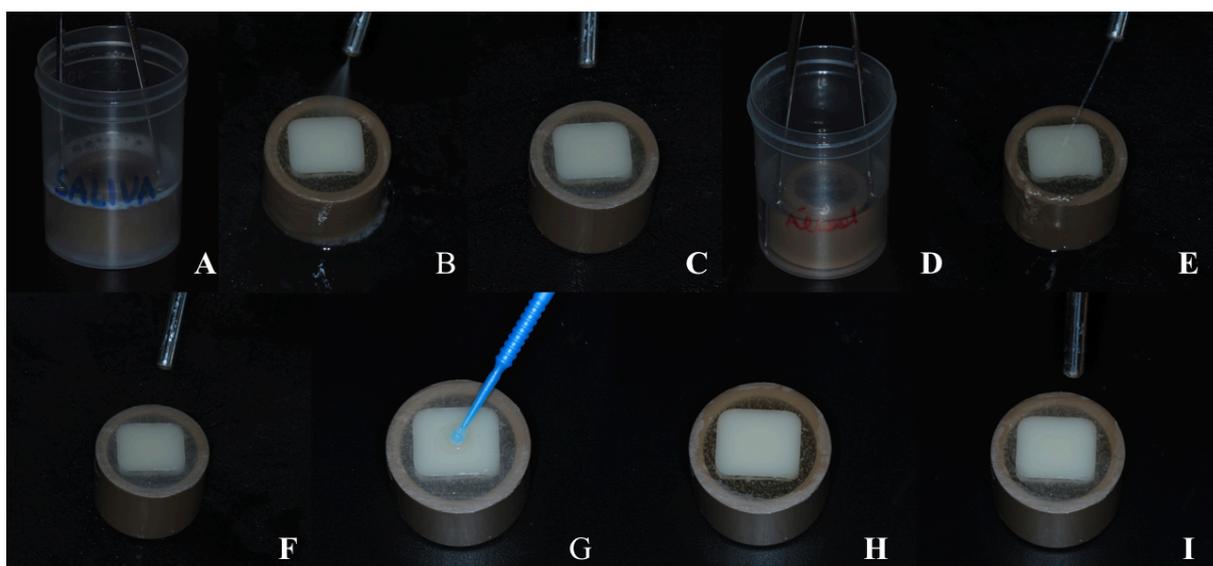


Figura 9 - Protocolo grupo AL. (A) imersão na saliva por 1min. (B) spray por 10s. (C) secagem com jato de ar por 10s. (D) imersão em álcool por 2min. (E) jato de água por 15s. (F) secagem com jato de ar por 15s. (G) aplicação do silano. (H) aguardar 1min. (I) jato de ar por 10s.

- PA:** imersão do bloco em saliva por 1min, spray para remoção do excesso e secagem com jato de ar por 10s. Condicionamento da superfície cerâmica com ácido fosfórico 35% (Ultra Etch 35%, Ultradent, South Jordan, EUA) por 60s, jato de água por 15s e secagem com jato de ar por 15s. Aplicação do silano, aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 10.

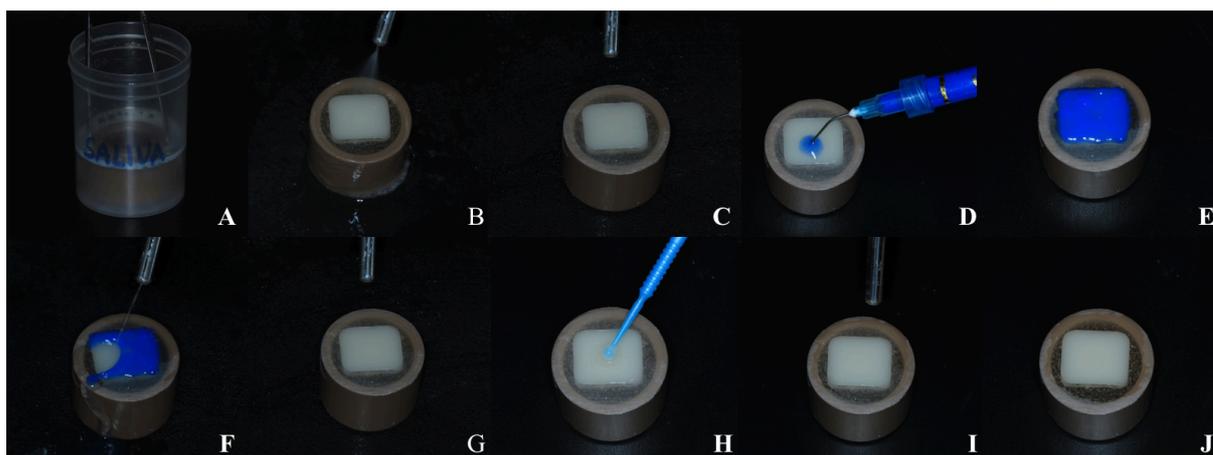


Figura 10 - Protocolo grupo PA. (A) imersão na saliva por 1min. (B) spray por 10s. (C) secagem com jato de ar por 10s. (D) aplicação do ácido fosfórico. (E) aguardar condicionamento por 60s. (F) lavagem com jato de água por 15s. (G) secagem com jato de ar por 15s. (H) aplicação do Silano. (I) aguardar 1min. (J) jato de ar por 10s.

- IC:** imersão do bloco em saliva por 1min, spray para remoção do excesso e secagem com jato de ar por 10s. Aplicação do Ivoclean (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), aguardar 20s, lavagem com jato de água por 15s seguida de secagem com jato de ar por 10s. Aplicação do silano, aguardar por 1min e evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Protocolo ilustrado na figura 11.

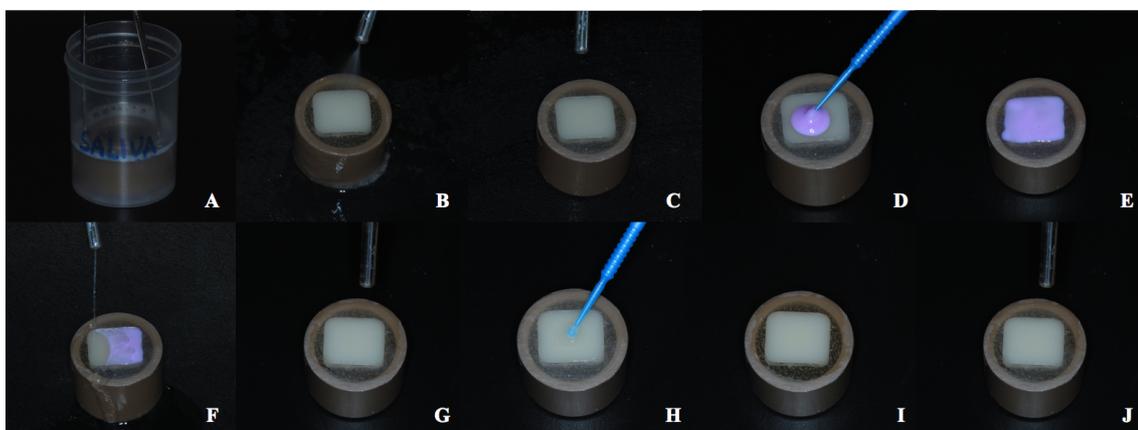


Figura 11 - Protocolo grupo IC. (A) imersão na saliva por 1min. (B) spray por 10s. (C) secagem com jato de ar por 10s. (D) aplicação do Ivoclean. (E) aguardar 20s. (F) lavagem com jato de água por 15s. (G) secagem com jato de ar por 10s. (H) aplicação do silano. (I) aguardar 1min. (J) jato de ar por 10s.

Tabela 1- Composição dos materiais utilizados no estudo			
Material	Composição	Fabricante	Lote
<b>Tetric N-Bond Universal</b>	Metacrilatos (MDP, MCAP, HEMA, Bis-GMA, D3MA), etanol, água, dióxido de silício altamente disperso, iniciadores e estabilizadores	Ivoclar Vivadent	W86807
<b>Ivoclean</b>	Dispersão de partículas de óxidos metálicos em água	Ivoclar Vivadent	W39949
<b>Monobond N</b>	Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato do ácido fosfórico (MDP) e metacrilato de sulfeto	Ivoclar Vivadent	X00048
<b>Variolink Veneer</b>	Dimetacrilatos, dióxido de silício e trifluoreto de itérbio, catalisadores, estabilizantes e pigmentos	Ivoclar Vivadent	V06638
<b>Ultra-etch</b>	Ácido fosfórico 35%, espessante e corante	Ultradent	D04JT
<b>Condac 5%</b>	Ácido fluorídrico 5%, água, espessante, tensoativo e corante	FGM	240918
<b>VIPI Flash</b>	Pó – polimetilmetacrilato, peróxido de benzoíla, pigmentos biocompatíveis. Líquido – metilmetacrilato, EDMA, DMT, inibidor fluorescente	VIPI	0000105772
<b>Álcool 70%</b>	Álcool etílico e veículo	Prolink	P17090028
<b>Furadinho 5</b>	Macarrão de sêmola com ovos	Renata	91S09
<b>emax CAD</b>	SiO <sub>2</sub> , Li <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> e outros óxidos	Ivoclar Vivadent	-
<b>CEREC Blocs C PC</b>	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, CaO, TiO <sub>2</sub> , pigmentos	Sirona	-

### 3.2 ENSAIO DE MICROCSALHAMENTO

Após a execução dos protocolos de contaminação e limpeza, a delimitação da área da adesão foi realizada através de 4 perfurações nº 3 com o perfurador de lençol de borracha (Quinelato, Rio Claro, Brasil) em uma fita dupla autoadesiva, que foi colocada na superfície da cerâmica. Para facilitar o posicionamento dos tubos de amido (Macarrão Renata furadinho 5, Sumaré, Brasil) [63], uma fita adesiva colorida foi colocada sobre a primeira fita. Todos os espécimes receberam uma camada fina de adesivo (Tetric N-Bond Universal, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) seguida da evaporação dos solventes com jato de ar por 10s. Cada tubo de amido foi posicionado de forma a circunscrever a perfuração da fita adesiva e pressionado por 5s. Em seguida, foi realizada a fotopolimerização (fotopol) por 20s com o fotopolimerizador Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com

irradiância de  $1100\text{W}/\text{cm}^2$ . O cimento (Variolink veneer, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi inserido no tubo de amido com o auxílio de uma ponta agulha (Ultraetch tips, Ultradent, South Jordan, EUA) e fotopolimerizado por 20 segundos. É importante ressaltar que cada cilindro foi fotopolimerizado enquanto os outros eram protegidos com papel alumínio, para garantir o mesmo tempo e intensidade de polimerização para cada cilindro. Assim, em cada fatia de cerâmica foi possível confeccionar 4 cilindros de cimento resinoso com  $0,78\text{mm}$  de diâmetro e  $1,5\text{mm}$  de altura, 16 espécimes para cada grupo ( $n=16$ ); totalizando 448 espécimes no estudo.

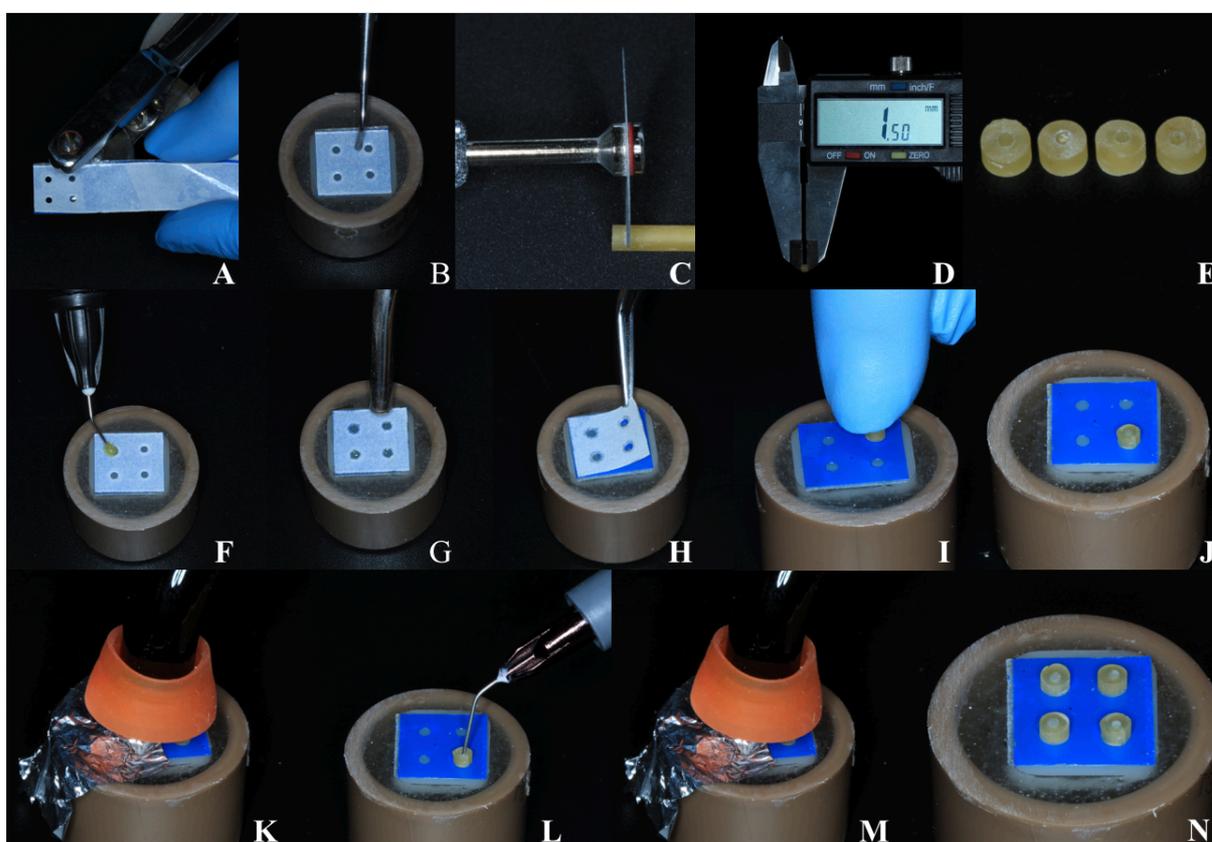


Figura 12 - Sequência do processo adesivo. (A) perfuração da fita. (B) posicionamento da fita sobre a cerâmica. (C) corte do tubo de amido com disco diamantado. (D) calibração dos tubos a um  $1,5\text{mm}$  de altura. (E) visão aproximada dos tubos. (F) aplicação ativa do adesivo por 20s. (G) jato de ar por 10s. (H) remoção da fita branca. (I) posicionamento do tubo de amido e ligeira pressão digital. (J) vista do tubo em posição. (K) fotopolimerização por 20s. (L) inserção com cimento. (M) fotopolimerização por 20s. (N) visão do bloco após a repetição do processo nos outros 3 espaços.

Metade dos blocos foram armazenados em umidade relativa a  $37^\circ\text{C}$  por 24 horas na estufa (Odontobras, São Paulo, Brasil). A outra metade sofreu 5000 ciclos de termociclagem [64] na termocicladora (Odeme, Luzerna, Brasil) em água à temperatura de  $5^\circ$  a  $55^\circ\text{C}$ , com 30s de imersão em cada temperatura e 10s de transição antes do teste de microcisalhamento. A figura 13 resume os protocolos.

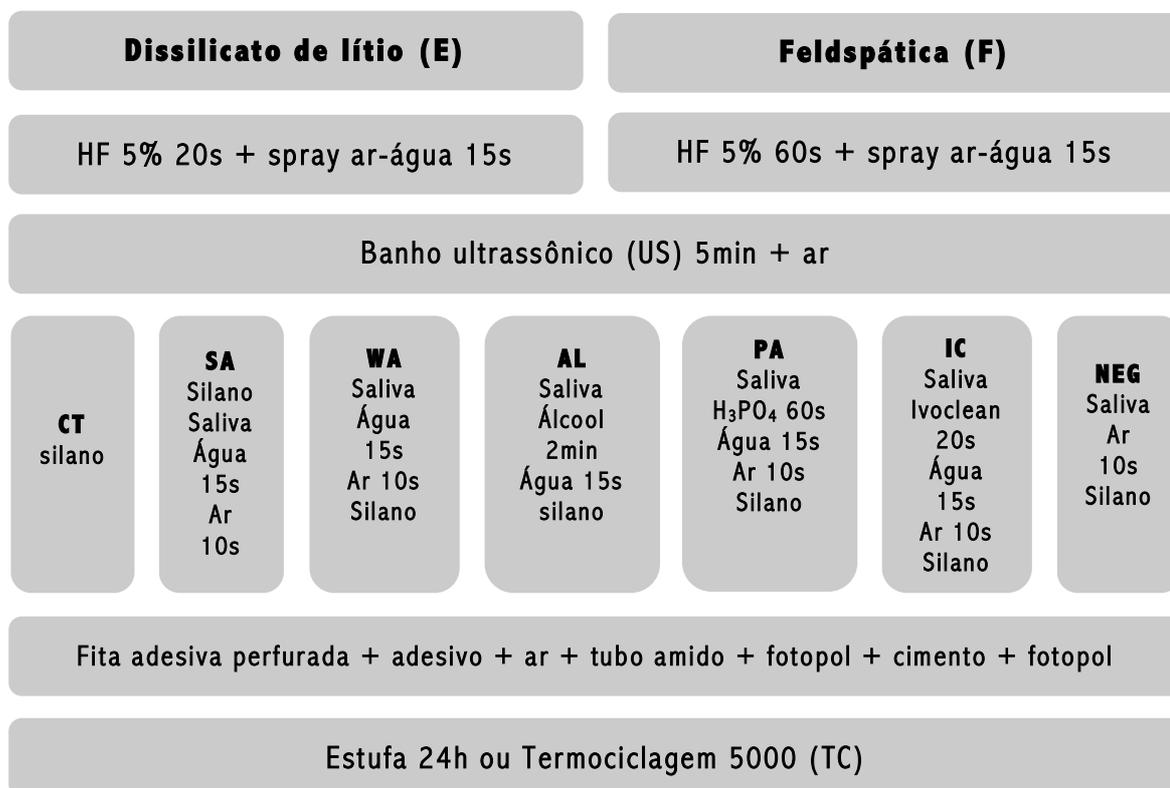


Figura 13 – Esquema dos tratamentos de superfície das amostras submetidas ao teste de resistência de união por microcisalhamento.

Após o armazenamento de 24h ou termociclagem, os tubos de amido e a fita adesiva foram removidos com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15. Em seguida, os blocos foram posicionados na Máquina de Ensaio Universal Shimadzu (Shimadzu Corp, Kyoto, Japão) e submetidos ao teste de microcisalhamento à velocidade de 0,5mm/min até a falha do espécime (figura 14).

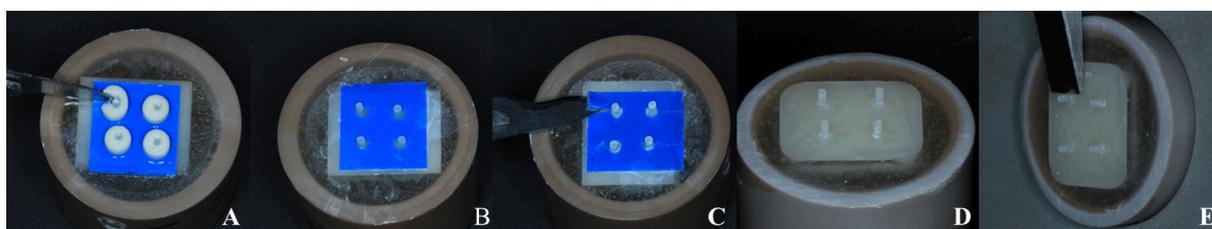


Figura 14 - Sequência de etapas após o envelhecimento artificial de 24h/termociclagem. (A) remoção do tudo de amido com lâmina de bisturi. (B) visão após a remoção dos tubos. (C) remoção das fitas colorida e transparente com lâmina de bisturi. (D) bloco pronto para o teste. (E) bloco na máquina de ensaio universal e cinzel em posição para o início do teste.

### 3.3 ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDX)

Mais blocos de CAD/CAM de cerâmicas à base de dissilicato de lítio e feldspática foram seccionados em fatias. Essas foram cristalizadas (dissilicato de lítio) e polidas, da mesma maneira que os blocos para o teste de microcisalhamento; e receberam banho ultrassônico em água destilada por 5min. As fatias foram alocadas aleatoriamente em cada um dos 9 protocolos por cerâmica, totalizando uma amostra para cada protocolo. Os protocolos eram: POL (sem tratamento adicional de superfície), CT (figura 15), NEG (figura 16), CT+S (figura 17), SA (figura 18), WA (figura 19), AL (figura 20), PA (figura 21) e IC (figura 22).

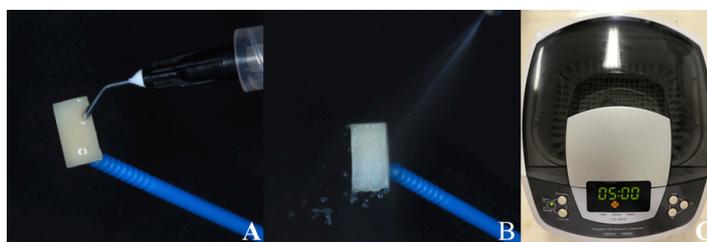


Figura 15 - Protocolo CT para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min.



Figura 16 - Protocolo NEG para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) imersão na saliva por 1min. (E) secagem com jato de ar por 10s.



Figura 17 - Protocolo CT+S para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) aplicação do silano, aguardar 1min. (E) jato de ar por 10s.

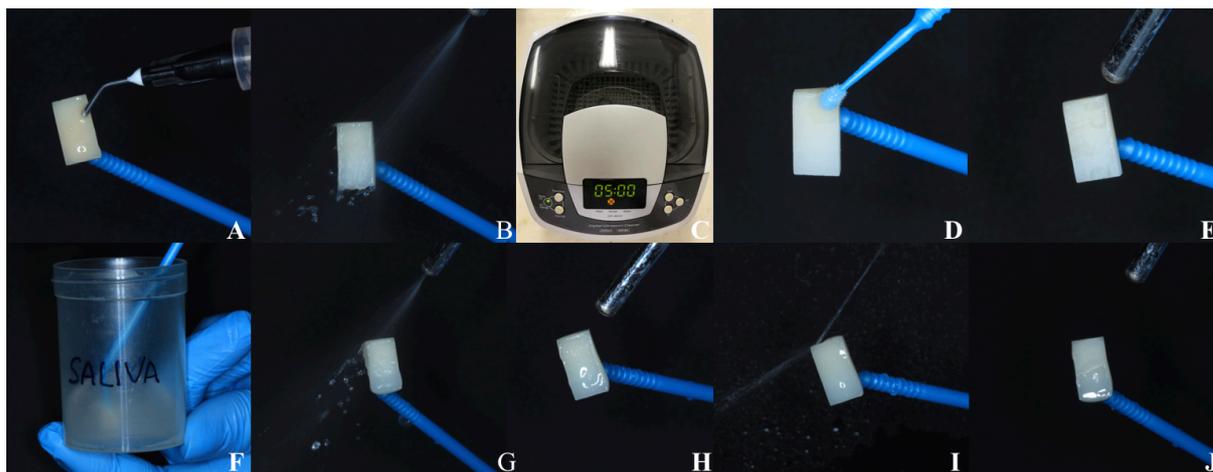


Figura 7 - Protocolo SA para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) aplicação do silano, aguardar 1min. (E) jato de ar por 10s. (F) imersão na saliva por 1min. (G) spray ar-água por 10s para remoção do excesso de saliva. (H) secagem com jato de ar por 10s. (I) lavagem com jato de água por 15s. (J) secagem com jato de ar por 10s.

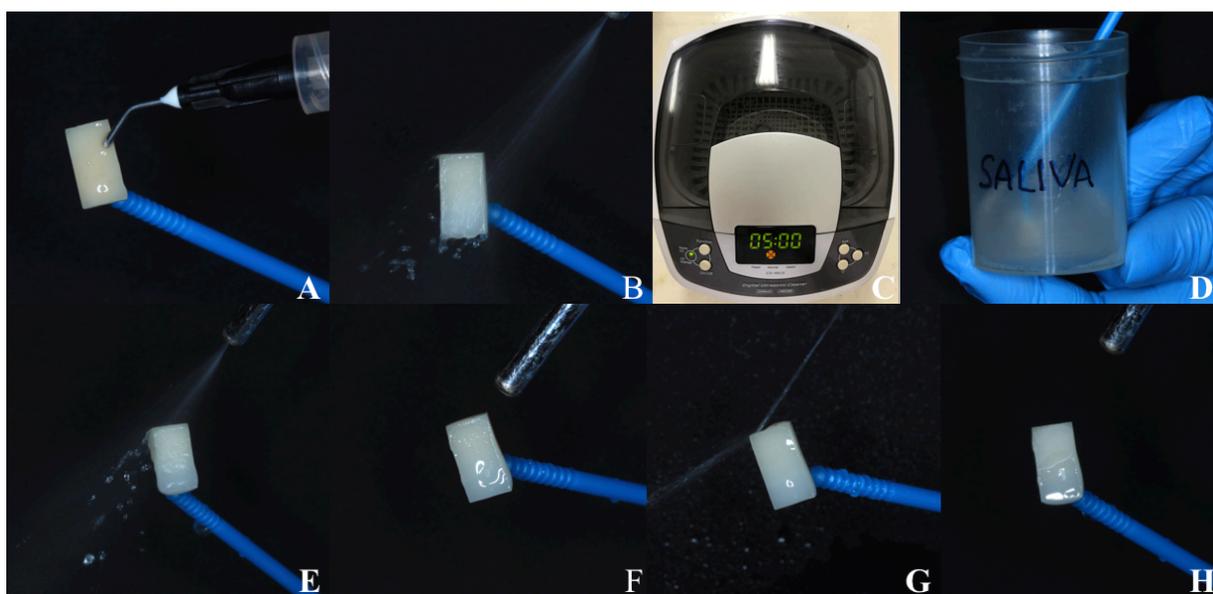


Figura 19 - Protocolo WA para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) imersão na saliva por 1min. (E) spray ar-água 10s para remoção do excesso de saliva. (F) jato de ar por 10s. (G) lavagem com jato de água por 15s. (H) secagem com jato de ar por 10s.

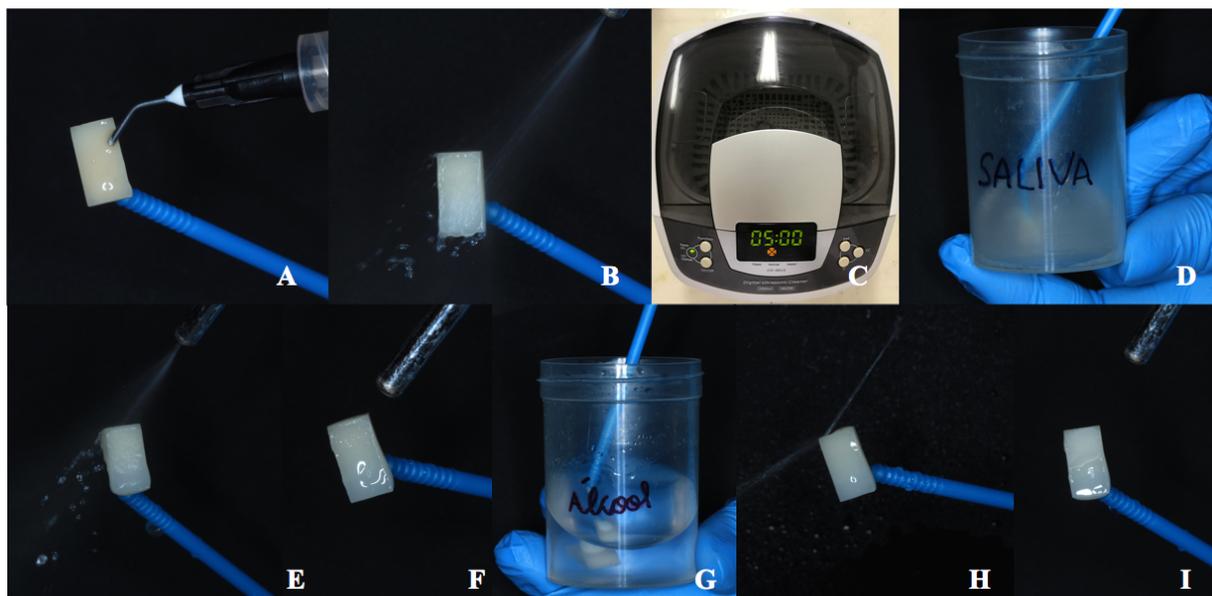


Figura 20 - Protocolo AL para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) imersão na saliva por 1min. (E) spray ar-água por 10s para remoção do excesso de saliva. (F) jato de ar por 10s. (G) imersão no álcool por 2min. (H) lavagem com jato de água por 15s. (I) secagem com jato de ar por 10s.

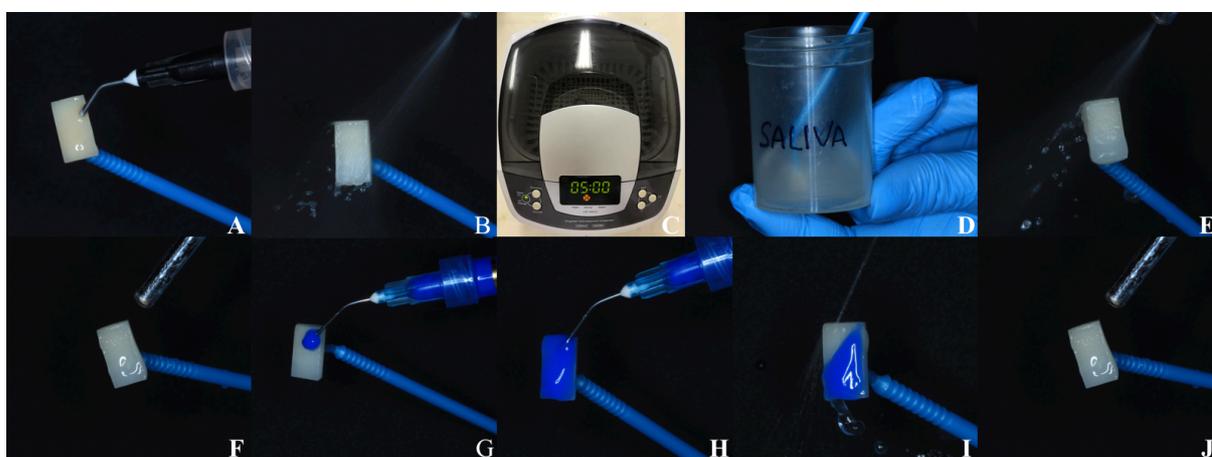


Figura 21 - Protocolo PA para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) imersão na saliva por 1min. (E) spray ar-água por 10s para remoção do excesso de saliva. (F) jato de ar por 10s. (G) aplicação do ácido fosfórico 35%. (H) aguardar o condicionamento ácido por 60s. (I) lavagem com jato de água por 15s. (J) secagem com jato de ar por 15s.

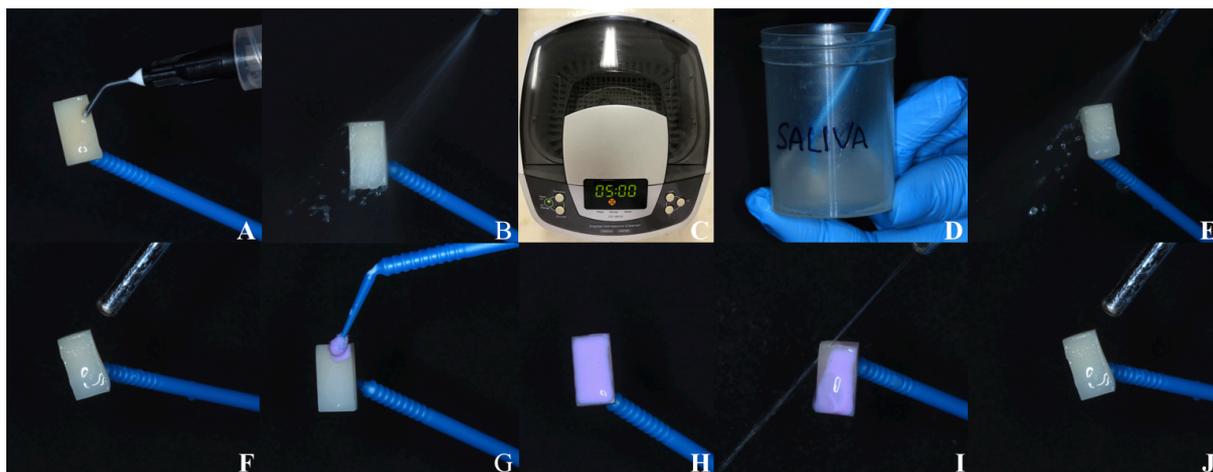


Figura 22 - Protocolo IC para EDX. (A) condicionamento com HF 5% pelo tempo indicado pelo fabricante. (B) spray ar-água por 15s. (C) banho ultrassônico em água destilada por 5min. (D) imersão na saliva por 1min. (E) spray ar-água por 10s para remoção do excesso de saliva. (F) jato de ar por 10s. (G) aplicação do Ivoclean. (H) aguardar por 20s. (I) lavagem com jato de água por 15s. (J) secagem com jato de ar por 10s.

Para detectar remanescentes de saliva após os métodos de descontaminação, as amostras foram cobertas com liga de ouro (figura 23), montadas em um *stub* de alumínio e analisadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) equipado com sistema EDX (JEOL, Tóquio, Japão) a 20Kv de voltagem. Fotomicrografias foram realizadas nas magnificações 2000X para cerâmicas feldspáticas; e 5000X para cerâmicas à base de dissilicato de lítio. Adicionalmente, os espécimes foram escaneados com raio x para análise qualitativa e semi-quantitativa a fim de determinar o perfil de distribuição dos elementos químicos e percentual atômico (%atom) e peso (%mass). Após a identificação de todos os picos no espectro do EDX, foram marcados também os elementos presentes em cerâmicas policristalinas (para fins de futura comparação) como: C, O, Zr, N, Si, Al, P, Zn, Y, F, Ca, Ti, Ni, Mg, S e Cl. Os procedimentos realizados em cada amostra estão resumidos na figura 24.

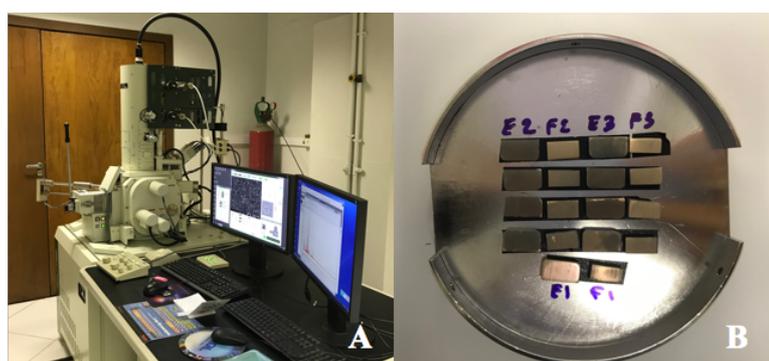


Figura 23 - MEV e EDX. (A) microscópio eletrônico de varredura. (B) amostras cobertas com liga de ouro e prontas para a análise.

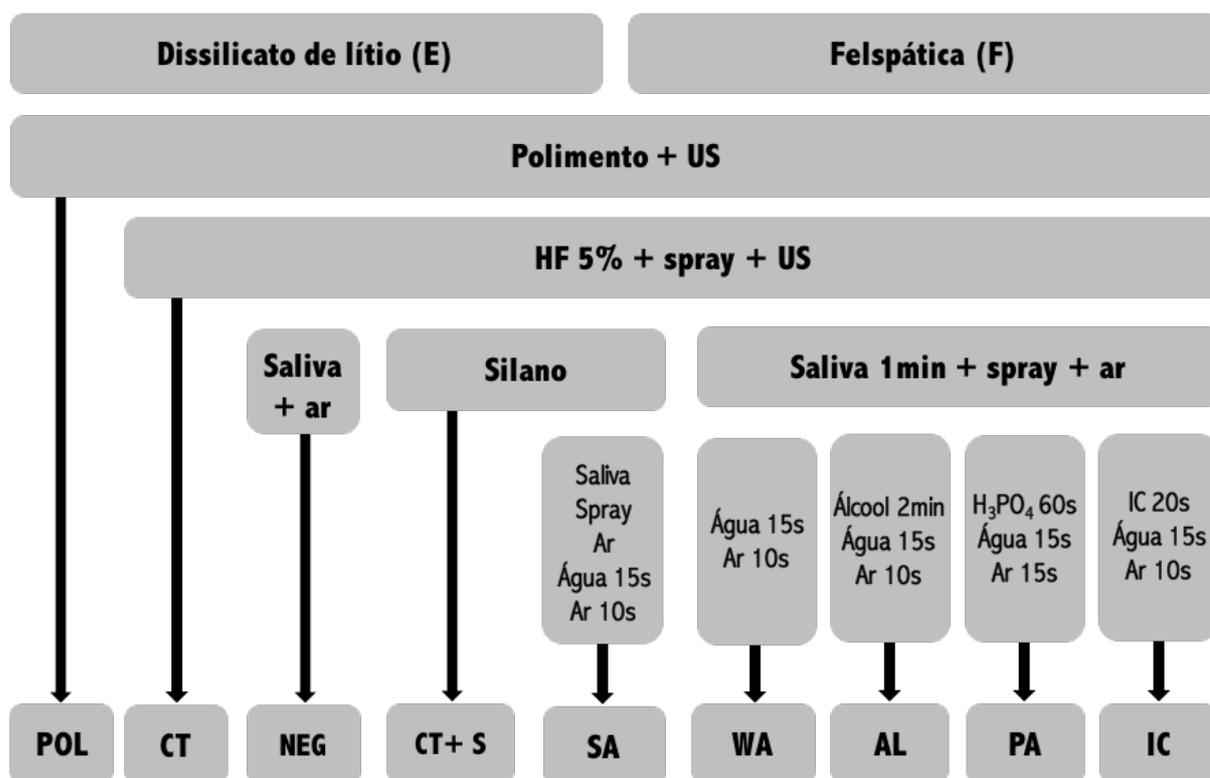


Figura 24 - Esquema representativo dos tratamentos de superfície das amostras submetidas ao MEV e EDX.

### 3.4 ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA

Os padrões de fratura das amostras foram analisados no microscópio a laser confocal Lext OLS4100 (Olympus, Tóquio, Japão) com magnificação de 5 a 10X e classificados em:

- Fratura adesiva (AD) – quando maior parte da fratura ocorrer na área adesiva;
- Fratura coesiva no cimento resinoso (CR) – quando a fratura ocorrer somente em cimento resinoso;
- Fratura coesiva na cerâmica (CC) – quando a fratura ocorrer na cerâmica, mesmo que incompleta (lasca);
- Fratura mista (M) – quando ocorrer na área adesiva, mas ainda apresentar grande remanescente de cimento resinoso.

### 3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados de resistência de união foram mensurados em quilograma força (KgF), convertidos em Mega Pascal (MPa) e submetidos à análise estatística de variância ANOVA de 2 critérios (protocolos de limpeza, termociclagem) com  $\alpha=0,05$ , no software SPSS 24.0 (IBM, Chicago, EUA). A normalidade e a homogeneidade dos resíduos foram testadas com Kolmogorov-Smirnov e Levene e ambos preceitos observados. Para observar detalhes de interações entre as variáveis independentes, foi realizado ANOVA a um critério nas comparações específicas.

Não foram realizadas comparações entre as duas cerâmicas testadas, pois a literatura mostra que elas possuem composição e comportamento diferentes. É importante ressaltar que espécimes com falhas pré-teste não foram considerados na análise estatística.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO

As médias dos valores de resistência de união ao microcissalhamento e desvio padrão dos grupos após 24h e 5000 ciclos de termociclagem da cerâmica à base de dissilicato de lítio estão na tabela 2 e da cerâmica feldspática, na tabela 3.

Tabela 2 – Média dos valores de resistência de união (MPa) dos diferentes grupos da cerâmica à base de dissilicato de lítio após 24h ou 5000 termociclos

	MPa ( $\pm$ DP)	
	24h (n=16)	TC 5000 (n=16)
CT	30,50 ( $\pm$ 8,22) Aa	33,84 ( $\pm$ 13,77) ABa*
SA	35,15 ( $\pm$ 10,65) Aa	39,78 ( $\pm$ 7,90) Ba
WA	33,03 ( $\pm$ 8,40) Aa	34,97 ( $\pm$ 10,14) ABa
PA	34,26 ( $\pm$ 11,17) Aa	34,83 ( $\pm$ 7,53) ABa
IC	36,36 ( $\pm$ 11,27) Aa	31,66 ( $\pm$ 7,65) ABa
AL	31,08 ( $\pm$ 4,72) Aa	41,44 ( $\pm$ 15,31) Bb
NEG	40,17 ( $\pm$ 11,32) Aa	25,66 ( $\pm$ 8,31) Ab

Médias com mesma letra minúscula na linha não são estatisticamente diferentes ( $p>0,05$ ). Médias com mesma letra maiúscula na coluna não são estatisticamente diferentes ( $p>0,05$ ). DP= desvio padrão. \*Houve 1 falha pré-teste nesse grupo.

Para a cerâmica à base de dissilicato de lítio na análise geral, não houve diferença estatística significativa entre os métodos de limpeza levando em conta os dois meios de envelhecimento ( $p=0,39$ ). Também, não houve diferença estatística significativa do efeito da termociclagem levando em conta todos os métodos de limpeza ( $p=0,86$ ). Entretanto, houve interação estatisticamente significativa entre os métodos de limpeza e termociclagem ( $p<0,001$ ). O grupo de limpeza com álcool (AL) obteve aumento significativo da resistência de união com a termociclagem (41,44 MPa). Já o grupo controle negativo (NEG) apresentou um declínio significativo de 40,17 MPa para 25,66 MPa, menor valor absoluto. A resistência de união do NEG após termociclagem foi estatisticamente diferente de AL e contaminação posterior ao silano seguida de limpeza com água (SA). Portanto, após 24h não houve diferença entre os métodos de limpeza, mas após a termociclagem o grupo NEG foi diferente de SA e AL.

**Tabela 3 – Média dos valores de resistência de união (MPa) dos diferentes grupos de cerâmica feldspática após 24h ou 5000 termociclos**

MPa ( $\pm$ DP)		
	24h (n=16)	TC 5000 (n=16)
<b>CT</b>	42,47 ( $\pm$ 10,47) Aa	29,11 ( $\pm$ 6,58) Ab
<b>SA</b>	40,75 ( $\pm$ 9,75) Aa	36,38 ( $\pm$ 9,70) ABa
<b>WA</b>	44,82 ( $\pm$ 11,30) Aa	34,76 ( $\pm$ 8,93) ABb
<b>PA</b>	38,31 ( $\pm$ 8,55) Aa	41,52 ( $\pm$ 11,04) Ba
<b>IC</b>	35,18 ( $\pm$ 9,75) Aa	41,46 ( $\pm$ 15,40) Ba*
<b>AL</b>	44,68 ( $\pm$ 13,70) Aa	36,57 ( $\pm$ 13,78) ABa
<b>NEG</b>	38,76 ( $\pm$ 9,15) Aa	35,31 ( $\pm$ 9,65) ABa

Médias com mesma letra minúscula na linha não são estatisticamente diferentes ( $p > 0,05$ ). Médias com mesma letra maiúscula na coluna não são estatisticamente diferentes ( $p > 0,05$ ). DP= desvio padrão. \*Houve 1 falha pré-teste nesse grupo.

Para cerâmica feldspática na análise geral, não houve diferença significativa entre os métodos de limpeza considerando os dois métodos de envelhecimento ( $p=0,56$ ). Todavia, houve influência da termociclagem considerando todos os métodos de limpeza ( $p=0,03$ ). Nas análises individuais entre os métodos de limpeza e termociclagem foram encontradas interações estatisticamente significantes ( $p=0,03$ ). Os grupos CT (de 42,47 MPa para 29,11 MPa) e WA (de 44,82 Mpa para 34,76 MPa) tiveram sua resistência de união reduzida significativamente após a termociclagem. Os grupos de limpeza com ácido fosfórico (PA) e Ivoclean (IC) foram estatisticamente diferentes do controle após a termociclagem; ou seja, suas médias de resistência de união foram superiores ao controle positivo.

## 4.2 DISTRIBUIÇÃO DOS PADRÕES DE FRATURA

As distribuições do padrão de fratura dos grupos da cerâmica à base de dissilicato de lítio e da feldspática estão apresentadas nas tabelas 4 e 5, respectivamente. Como não houve fratura coesiva no cimento em ambas cerâmicas, o termo “coesiva” nas tabelas se refere à fratura coesiva na cerâmica. Amostras representativas de cada tipo de fratura de ambas cerâmicas analisadas sob confocal estão apresentadas nas figuras 25 e 26, respectivamente.

Tabela 4 - Distribuição dos padrões de fraturas da cerâmica à base de dissilicato de lítio

	24h			TC 5000 ciclos		
	Adesiva (%)	Mista (%)	Coesiva (%)	Adesiva (%)	Mista (%)	Coesiva (%)
<b>CT</b>	13 (81,25%)	3 (18,75%)	0 (0%)	15 (93,75%)	0 (0%)	0 (0%)
<b>SA</b>	11 (68,75%)	5 (31,25%)	0 (0%)	12 (75%)	4 (25%)	0 (0%)
<b>WA</b>	14 (87,50%)	2 (12,50%)	0 (0%)	14 (87,50%)	2 (12,50%)	0 (0%)
<b>PA</b>	13 (81,25%)	3 (18,75%)	0 (0%)	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
<b>IC</b>	14 (87,50%)	2 (12,50%)	0 (0%)	14 (87,50%)	2 (12,50%)	0 (0%)
<b>AL</b>	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	13 (81,25%)	3 (18,75%)	0 (0%)
<b>NEG</b>	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)

Coesiva: refere-se à fratura coesiva na cerâmica

Considerando a cerâmica à base de dissilicato de lítio, a maior parte das fraturas foi adesiva e não houve fraturas coesivas em ambos os tempos de envelhecimento. Os grupos AL e NEG apresentaram 100% de fraturas adesivas em 24h, já na termociclagem (TC) somente o grupo NEG apresentou totalidade de fraturas adesivas. O grupo SA tanto em 24h (31,25%) como TC (25%) obteve os maiores percentuais de fratura mista.

Tabela 5 - Distribuição dos padrões de fraturas da cerâmica feldspática

	24h			TC (5000 ciclos)		
	Adesiva (%)	Mista (%)	Coesiva (%)	Adesiva (%)	Mista (%)	Coesiva (%)
<b>CT</b>	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	15 (93,75%)	1 (6,25%)	0 (0%)
<b>SA</b>	7 (43,75%)	1 (6,25%)	8 (50%)	15 (93,75%)	0 (0%)	1 (6,25%)
<b>WA</b>	12 (75%)	0 (0%)	4 (25%)	13 (81,25%)	0 (0%)	3 (18,75%)
<b>PA</b>	12 (75%)	1 (6,25%)	3 (18,75%)	12 (75%)	3 (18,75%)	1 (6,25%)
<b>IC</b>	6 (37,50%)	4 (25%)	6 (37,50%)	10 (62,50%)	2 (12,50%)	3 (18,75%)
<b>AL</b>	12 (75%)	0 (0%)	4 (25%)	14 (87,50%)	2 (12,50%)	0 (0%)
<b>NEG</b>	13 (81,25%)	2 (12,50%)	1 (6,25%)	14 (87,50%)	0 (0%)	2 (12,50%)

Coesiva: refere-se à fratura coesiva na cerâmica

No tempo 24h, a cerâmica feldspática obteve a maioria das fraturas classificadas como adesiva, exceto no grupo SA, no qual 43,75% foi adesiva e 50% coesiva na cerâmica; e no grupo IC, o qual apresentou 37,5% adesiva e 37,5% coesiva. Após os 5000 ciclos de termociclagem, a predominância foi do padrão adesivo. Os grupos CT e AL não apresentaram fraturas coesivas; e os grupos SA, WA e NEG não apresentaram fraturas mistas.

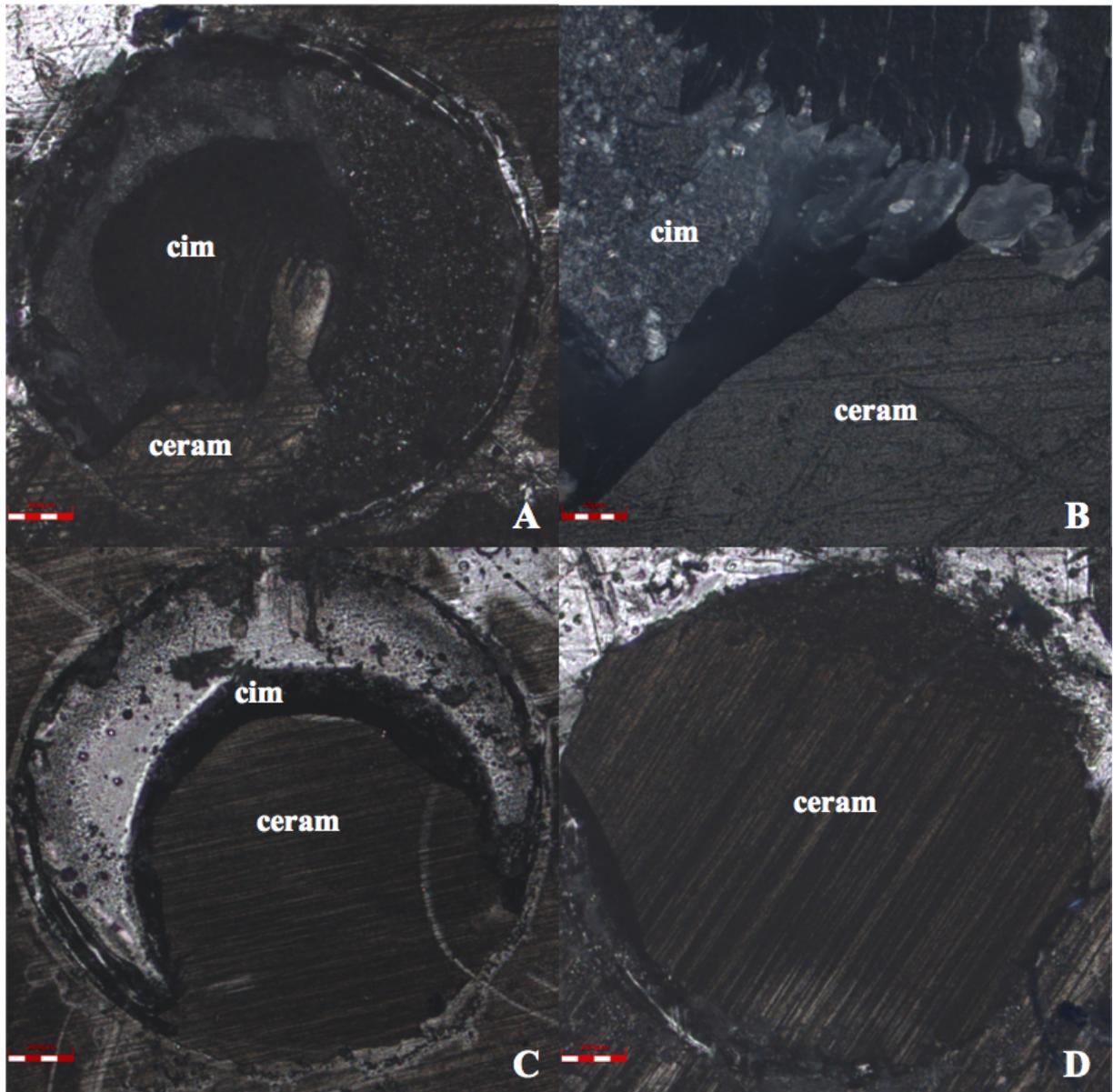


Figura 25 - Padrões de fratura analisados por microscópio confocal (5x) encontrados em cerâmica à base de dissilicato de lítio. (A) fratura mista. (B) aproximação da imagem A (10x), evidenciando cimento e cerâmica. (C) fratura adesiva. (D) fratura adesiva. Ceram= cerâmica; cim= cimento resinoso.

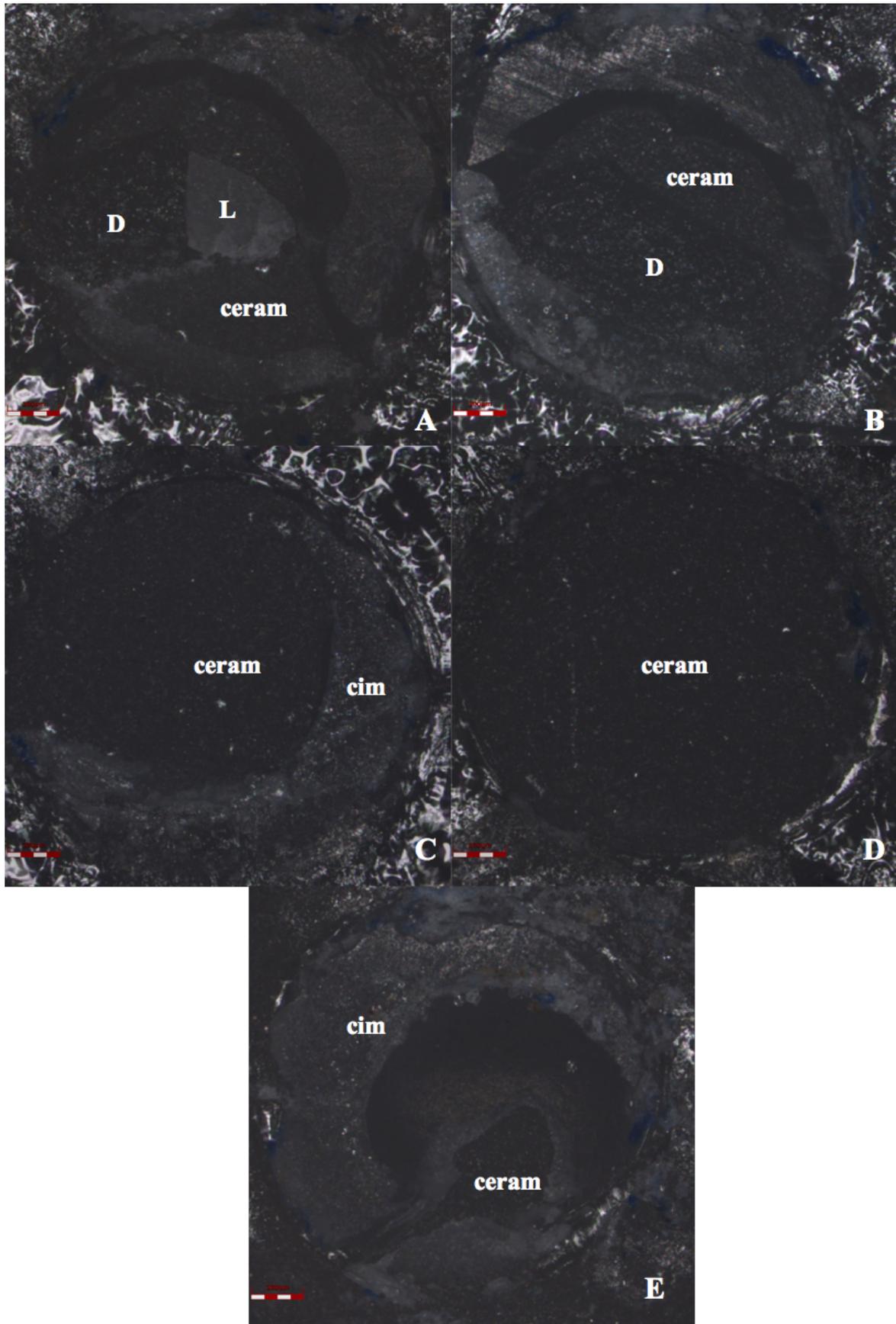


Figura 26 - Padrões de fratura analisados por microscópio confocal (5x) encontrados em cerâmica feldspática. (A) e (B) fratura coesiva na cerâmica. (C) e (D) fratura adesiva. (E) fratura mista. Ceram= cerâmica; cim= cimento resinoso; D= desnível; L= lasca na cerâmica;

### 4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDX

As fotomicrografias da cerâmica à base de dissilicato de lítio, sob microscopia de varredura com 5000x de magnificação (figura 17), não revelaram depósitos de contaminantes. Entretanto, podemos perceber exposição dos cristais em todas as figuras, exceto na amostra POL, a qual não foi tratada com ácido fluorídrico.

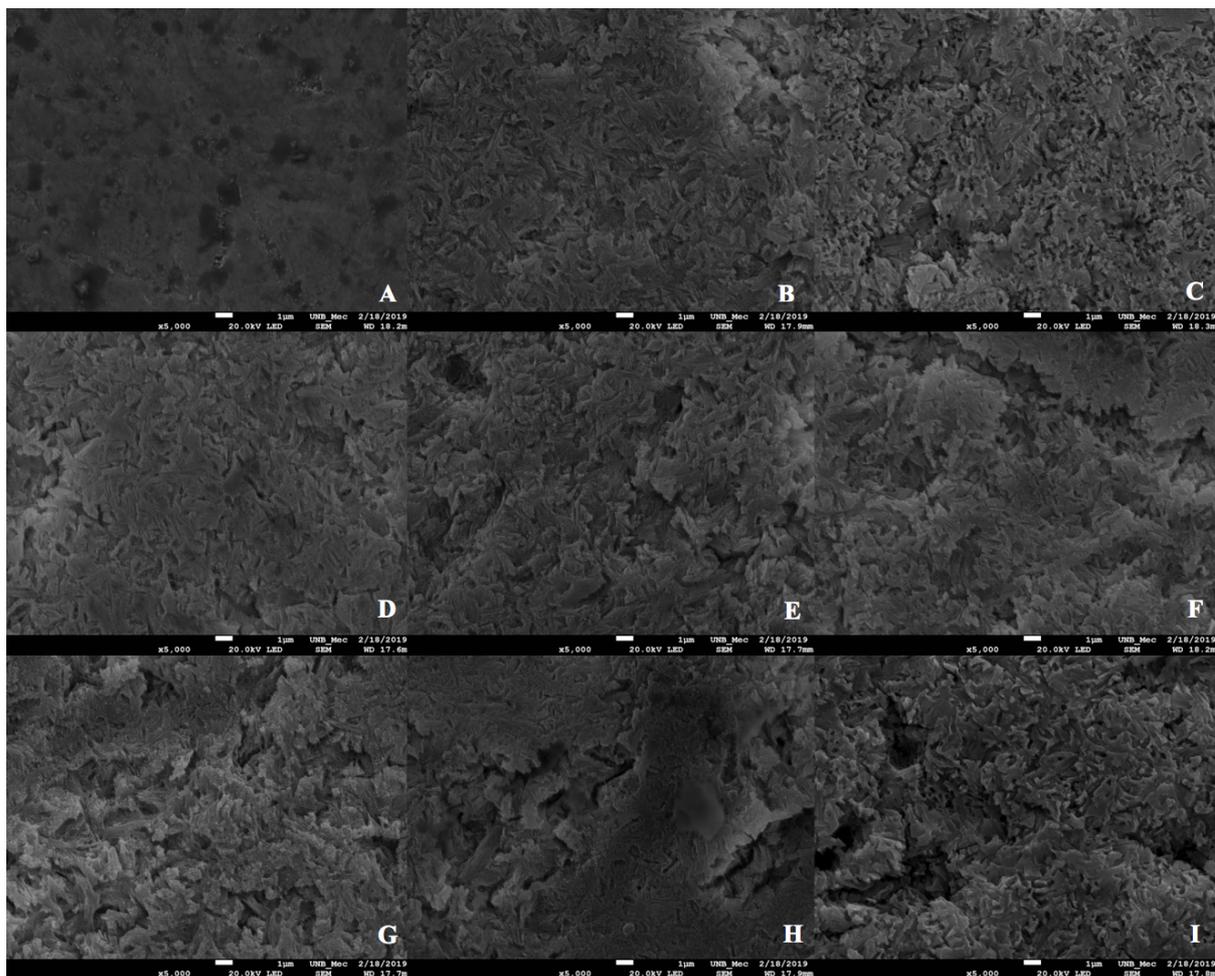


Figura 27 – Fotomicrografias da cerâmica à base de dissilicato de lítio com magnificação de 5000x. (A) protocolo POL. (B) protocolo CT. (C) protocolo CT+S. (D) protocolo WA. (E) protocolo AL. (F) protocolo PA. (G) protocolo IC. (H) protocolo NEG. (I) protocolo SA.

As amostras de cerâmica feldspática não apresentaram depósitos de contaminantes. Nas imagens de microscopia de varredura com ampliação de 2000x (figura 28), percebe-se uma estrutura retentiva porosa típica de “favos de mel”, exceto no grupo POL (o qual não foi condicionado com ácido fluorídrico) e pouco visível no grupo de limpeza com Ivoclean.

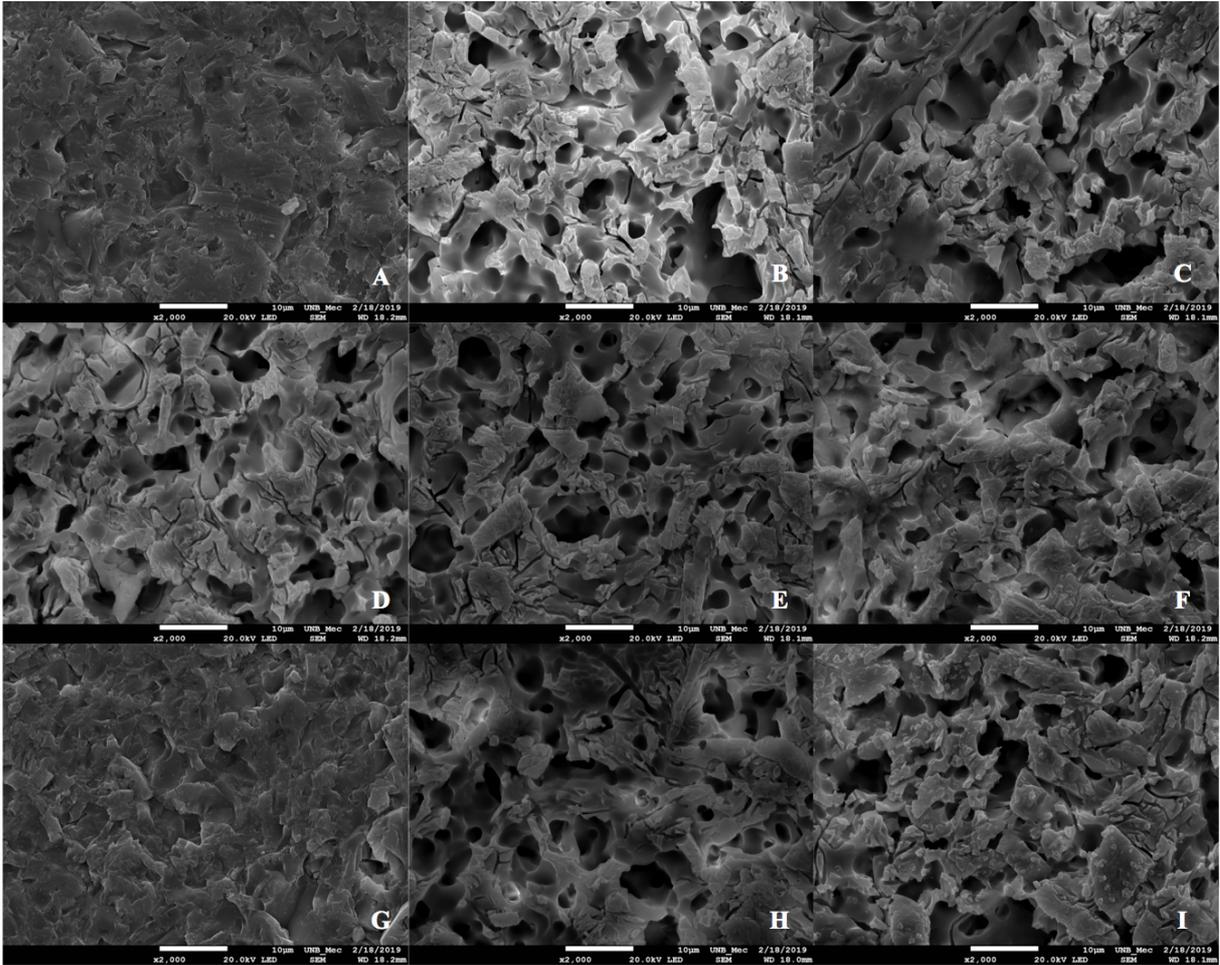


Figura 28 - Fotomicrografias da cerâmica feldspática com magnificação de 2000x. (A) protocolo POL. (B) protocolo CT. (C) protocolo CT+S. (D) protocolo WA. (E) protocolo AL. (F) protocolo PA. (G) protocolo IC. (H) protocolo NEG. (I) protocolo SA.

A análise química das amostras de cerâmica à base de dissilicato de lítio (tabela 6) utilizando espectrometria dispersiva de raios-x mostrou presença mais acentuada de O, Si, C e K. Traços de Na, Mg, Al, Cl e Ca foram encontrados em todas as amostras. O nitrogênio só foi encontrado nos grupos de limpeza com água (WA) e Ivoclean. Flúor só não foi encontrado no grupo NEG. Níquel foi encontrado em todos os grupos, exceto no CT+S. Zinco só não foi encontrado nos grupos CT+S e SA. Titânio foi encontrado em todos os grupos exceto controle negativo e positivo (CT e NEG). Foram encontrados resíduos de fósforo nos grupos POL, CT, NEG, SA e AL.

**Tabela 6 - Composição química (mass% e atom%) das amostras de cerâmica à base de dissilicato de lítio analisadas pelo EDX**

		POL	CT	NEG	CT+S	SA	WA	AL	PA	IC
<b>C</b>	Mass%	6,80	6,71	7,22	10,59	11,42	6,52	5,24	6,39	7,38
	Atom%	10,53	10,23	11,00	16,09	16,89	10,03	8,11	9,94	11,37
<b>N</b>	Mass%	-	-	-	-	-	0,25	-	-	0,10
	Atom%	-	-	-	-	-	0,33	-	-	0,13
<b>O</b>	Mass%	57,08	60,30	59,54	56,41	57,60	58,32	59,77	57,05	57,00
	Atom%	66,40	68,96	68,10	64,37	63,95	67,38	69,45	66,62	65,92
<b>F</b>	Mass%	0,02	0,12	-	0,08	0,12	0,21	0,30	0,21	0,14
	Atom%	0,02	0,12	-	0,08	0,11	0,21	0,29	0,21	0,14
<b>Na</b>	Mass%	0,20	0,20	0,20	0,08	0,06	0,09	0,18	0,17	0,18
	Atom%	0,16	0,16	0,16	0,06	0,05	0,07	0,15	0,13	0,14
<b>Mg</b>	Mass%	0,07	0,09	0,24	0,07	0,11	0,09	0,11	0,18	0,09
	Atom%	0,06	0,07	0,18	0,05	0,08	0,07	0,08	0,14	0,07
<b>Al</b>	Mass%	0,78	0,78	0,72	1,44	1,49	0,77	0,71	0,77	0,77
	Atom%	0,54	0,53	0,49	0,98	0,98	0,53	0,49	0,53	0,53
<b>Si</b>	Mass%	30,46	27,98	27,81	25,44	26,29	29,82	29,40	30,63	30,10
	Atom%	20,18	18,23	18,12	16,53	16,63	19,63	19,46	20,38	19,83
<b>P</b>	Mass%	0,51	0,20	0,31	-	0,14	-	0,22	-	-
	Atom%	0,31	0,12	0,18	-	0,08	-	0,13	-	-
<b>S</b>	Mass%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Atom%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<b>Cl</b>	Mass%	0,03	0,03	0,06	0,04	0,03	0,04	0,05	0,05	0,09
	Atom%	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,05
<b>K</b>	Mass%	3,28	2,93	3,32	2,43	2,46	3,28	3,39	3,60	3,33
	Atom%	1,56	1,37	1,55	1,13	1,12	1,55	1,61	1,72	1,58
<b>Ca</b>	Mass%	0,01	0,05	0,08	0,04	0,14	0,02	0,01	0,06	0,05
	Atom%	0,00	0,02	0,03	0,02	0,06	0,01	0,00	0,03	0,02
<b>Ti</b>	Mass%	0,01	-	-	0,01	0,01	0,02	0,03	0,01	0,02
	Atom%	0,00	-	-	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01
<b>Ni</b>	Mass%	0,16	0,15	0,14	-	0,14	0,02	0,17	0,19	0,24
	Atom%	0,05	0,05	0,04	-	0,04	0,06	0,05	0,06	0,07
<b>Zn</b>	Mass%	0,59	0,45	0,36	-	-	0,38	0,41	0,68	0,52
	Atom%	0,17	0,13	0,10	-	-	0,11	0,12	0,19	0,15
<b>Y</b>	Mass%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Atom%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<b>Zr</b>	Mass%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Atom%	-	-	-	-	-	-	-	-	-

A análise química das amostras de cerâmica feldspática (tabela 7) utilizando espectrometria dispersiva de raios-x mostrou presença mais acentuada de O, Si, Al, C, K e Na. Foram encontrados traços de Cl, Ca e Ni em todas as amostras. O Flúor foi encontrado em CT, CT+S, SA, Al e IC. O elemento Mg foi encontrado em todos os grupos, exceto no grupo de Ivoclean (IC). Titânio só não foi encontrado nos



## 5 DISCUSSÃO

A chave para o sucesso clínico da restauração consiste na eficácia da adesão das cerâmicas vítreas ao cimento e deste ao dente [5]. Sabemos que, após a cimentação, duas interfaces são obtidas: uma entre o cimento e o dente, e outra entre o cimento e a cerâmica [35]. Neste trabalho, somente a segunda interface foi abordada. Para avaliar esse tipo de interface, testes de resistência de união são comumente empregados, como os de resistência à tração ou ao cisalhamento, nas suas versões micro (microtração/microcisalhamento) e macro (tração/cisalhamento).

O teste de microcisalhamento ( $\mu$ SBS) foi selecionado para este trabalho, pois viabiliza a avaliação da adesão e confecção de múltiplos espécimes numa única superfície sem necessidade de corte [65,66]. A vantagem sobre a microtração ( $\mu$ TBS) consiste no fato de que os espécimes são pré-estressados somente na remoção do molde, *tygon tube* ou tubo de amido que auxilia a confecção do cilindro de cimento. Assim, não há as falhas (*chipping*) causadas na etapa do corte como na ( $\mu$ TBS) [65]. A fim de distribuir uniformemente o estresse, os espécimes de  $\mu$ SBS são confeccionados de maneira que a área da seção transversal seja próxima de  $1\text{mm}^2$  [26]. Essa redução da área implica numa tendência ao padrão de fratura adesivo, o qual oferece resultados mais acurados para avaliação do verdadeiro potencial da adesão entre cimento e cerâmica [67].

Apesar da familiaridade do pesquisador com o preparo de amostras, duas falhas pré-teste ocorreram neste estudo: uma no grupo CT na cerâmica à base de dissilicato de lítio e outra no grupo IC na feldspática. Essas falhas podem ter sido resultantes de força excessiva na remoção da fita adesiva com a lâmina de bisturi pelo operador.

Observa-se que nos resultados do presente estudo, um coeficiente de variação significativo chegando em alguns grupos até um pouco superior a 30%. Entretanto o alto coeficiente de variação é inerente em testes de resistência de união [16,17,20].

Com a finalidade de simular o meio oral, a termociclagem pode ser empregada para simular o envelhecimento. A literatura relata uma variação de 500 a 37500 ciclos de termociclagem entre 5 e 55°C [4]. Considera-se que um ano no

ambiente bucal corresponda a 10000 ciclos de termociclagem [68], portanto 5000 significariam 6 meses. No presente estudo, a termociclagem reduziu a resistência de união do grupo NEG na cerâmica à base de dissilicato de lítio, e dos grupos CT (controle positivo) e WA (lavagem com água) da cerâmica feldspática.

Essa redução mencionada anteriormente pode ser justificada pelas tensões geradas pelos ciclos na interface adesiva, causadas pelo desajuste do coeficiente de expansão térmica entre os diferentes materiais [69]. Ou seja, a diferença entre os coeficientes de expansão da cerâmica e do cimento resinoso, também induz a fadiga mecânica e a degradação hidrolítica que acelera o processo de envelhecimento [68].

Vários estudos mostram que a termociclagem geralmente reduz a resistência de união entre cerâmica e cimento [16,51,70]. Entretanto, no presente estudo, a termociclagem por 5000 ciclos, em alguns grupos, manteve ou até melhorou a resistência de união. Este resultado foi semelhante a outro estudo que também indicou que a termociclagem aumentou a  $\mu$ TBS entre cimento e cerâmica [71]. Provavelmente, a baixa quantidade de ciclos e, conseqüentemente, menor tempo de armazenamento, pode ter aumentado o grau de conversão do cimento resinoso e contribuído para o aumento da resistência de união [26].

Outra razão para o bom comportamento da maioria dos grupos analisados em ambas as cerâmicas frente ao envelhecimento artificial é a presença de monômeros hidrofóbicos e MDP, que podem resistir à degradação hidrolítica devido a sua natureza química [34].

Como não existe padronização metodológica na literatura, os estudos divergem no tipo de teste empregado, na interpretação e na classificação de fraturas, no número de ciclos de termociclagem, na aplicação ou não de adesivo e em outros aspectos. Além disso, comparações entre valores de resistência de união entre testes de resistência adesiva micro e macro são impossíveis. Segundo a lei de Griffith, áreas de adesão menores possuem menor possibilidade de defeitos, por isso o aumento do valor numérico da resistência de união de testes micro em relação aos macro [26].

No que concerne ao tema desta dissertação, ou seja, métodos de contaminação por saliva e descontaminação, grande parte dos estudos publicados foram realizados em zircônia. E mesmo quando realizados em cerâmicas vítreas, a maior parte dos testes empregados foram TBS,  $\mu$ TBS ou SBS. No presente estudo, foi realizado o teste de  $\mu$ SBS. Cabe ressaltar que a zircônia, por ser um substrato

diferente, também encurta a possibilidade de comparações com os poucos estudos em cerâmicas vítreas.

Apesar do modelo estatístico ter apresentado diferenças pontuais na resistência de união em alguns grupos após a termociclagem, podemos dizer que as hipóteses nulas foram aceitas. Ou seja, a contaminação com saliva não interferiu na resistência de união, os métodos de limpeza não foram diferentes entre si, todos os métodos de limpeza foram efetivos e a termociclagem não interferiu na resistência de união.

Na cerâmica à base de dissilicato de lítio, não houve diferença entre os métodos de limpeza após 24h e nem após termociclagem. O único grupo que apresentou declínio da resistência de união entre 24h e termociclagem foi o controle negativo (NEG), entretanto essa redução não foi inferior à resistência de união do controle positivo (CT). Parece que inicialmente a saliva não atrapalha a adesão, mas com o tempo ela pode aumentar a degradação da interface adesiva. É interessante observar que a limpeza com o álcool (AL) aumentou a resistência de união entre 24h e termociclagem e continuou estatisticamente semelhante ao controle positivo.

A manutenção da resistência de união do grupo CT na cerâmica à base de dissilicato de lítio após a termociclagem não está em conformidade com o estudo de Borges e colaboradores [16]. Provavelmente porque ao invés de utilizar Monobond N ou Monobond Plus, silanos com MDP como na presente dissertação, foi empregado Monobond S, sem o monômero fosfatado.

O valor de resistência de união das amostras de cerâmica à base de dissilicato de lítio, contaminadas com saliva e limpas com água também não foi afetado pela termociclagem assim como no estudo de Lapinska, no qual os espécimes foram submetidos a 1500 ciclos de termociclagem [52].

Na cerâmica feldspática, também não houve diferença entre os métodos de limpeza após 24h. Entretanto, após a termociclagem, houve redução da resistência de união nos grupos CT e WA (lavagem com água após a contaminação com saliva). A resistência de união dos grupos de limpeza com ácido fosfórico (PA) e Ivoclean (IC) foi superior ao controle positivo após a termociclagem.

Apesar da maioria dos estudos apontarem que a saliva reduza a resistência de união, no presente trabalho, a saliva não interferiu na adesão da cerâmica feldspática mesmo após a termociclagem. Isso também foi observado na cerâmica para faceta previamente condicionada e silanizada [72].

A lavagem com água após a contaminação com saliva obteve boa resistência de união após 24h, mas essa foi reduzida após a termociclagem na cerâmica feldspática. Esses resultados também foram encontrados em uma pesquisa anterior, na qual a resistência de união da leucita contaminada e limpa com água foi reduzida após 150 dias de armazenamento [61].

Um dos motivos para a resistência de união dos diversos métodos de limpeza não ter sido inferior ao controle positivo foi o emprego do spray ar-água por 10s após a contaminação. Tentou-se simular a ação do clínico frente à contaminação da peça cerâmica, que seria o uso do spray ar-água, previamente ao uso de qualquer agente químico de limpeza ou mesmo antes de avançar para a próxima etapa da cimentação. Os únicos grupos que não receberam o spray após a imersão na saliva foram os controles positivo (pois não sofreu contaminação) e o negativo.

A imersão por 1min em saliva (exatamente como no presente estudo) seguida de spray ar-água, secagem com jato de ar e posterior tratamento da superfície com MPE, HF + silano ou  $H_3PO_4$  + silano não alterou significativamente a resistência de união da cerâmica à base de dissilicato de lítio, se comparada com os mesmos três grupos sem a contaminação [73]. Sugerindo que o simples spray após a contaminação possa remover a saliva e impedir a redução da adesão, já que foi o único elemento em comum dos 3 grupos.

Outro fator que pode ter contribuído para os altos valores de resistência de união nos espécimes contaminados com saliva foi a maneira como a contaminação foi realizada. Em um estudo [20], a limpeza da cerâmica à base de dissilicato de lítio, contaminada com saliva por 10min e sem spray ar-água removendo o excesso, com Ivoclean ou spray ar-água, resultou em significativa redução da resistência de união se comparada ao controle sem contaminação. Essa diferença no tempo de exposição ao contaminante (10min) e na forma de contaminação (aplicação ativa, sem spray ar-água) em relação ao presente estudo, sugere que o contato passivo com a saliva por 1min seguido de spray ar-água, em nosso estudo, não tenha atrapalhado a adesão.

Em um outro trabalho de contaminação com saliva em cerâmicas à base de dissilicato de lítio e feldspática, a limpeza com água restaurou a resistência de união após 24h [62]. Esse trabalho concorda com os resultados obtidos no presente estudo em 24h para ambas as cerâmicas. A resistência da cerâmica à base de dissilicato de lítio foi mantida após a termociclagem, mas na feldspática a resistência

foi reduzida. Entretanto, essa redução não foi inferior à resistência de união do grupo controle não contaminado.

As duas cerâmicas testadas no presente estudo apresentaram resistência de união semelhante ou até superior ao controle não contaminado com saliva, quando limpas com ácido fosfórico, Ivoclean ou álcool. O bom resultado do descontaminante álcool também foi observado em outros estudos em cerâmicas vítreas a curto [62] e a longo prazo [61]. A similaridade da resistência de união da limpeza com ácido fosfórico ao controle não contaminado é corroborada em outros estudos em cerâmicas vítreas a curto [62] e longo prazo [16,51,54,56]. Segundo a literatura, uso do Ivoclean em cerâmicas vítreas contaminadas com saliva não reduziu a resistência de união mesmo após 3000 ou 5000 ciclos de termociclagem [16,59].

Sugere-se que o uso do Ivoclean em zircônia, que é uma solução alcalina, possa melhorar a resistência de união quando em combinação com o MDP do silano, pois o MDP forma mais ligações com a cerâmica quando em meio menos ácido [74]. Essa teoria ainda só é apresentada em estudos com zircônia, mas a ideia parece ser muito promissora em cerâmicas vítreas. Porém, estudos são necessários.

O papel do monômero MDP incluído no Monobond Plus (ou Monobond N), na eficácia da adesão às cerâmicas vítreas ainda não é claro. Mas é sabido que o uso separado do silano com MDP e do adesivo universal com MDP produz bons resultados [75], assim como no presente estudo.

Diferentemente da maioria estudos publicados sobre o efeito da contaminação com saliva e métodos de limpeza, no presente trabalho foi utilizado adesivo. A literatura mostra que a aplicação do adesivo após a silanização aumenta a resistência de união [76]. O adesivo preenche os espaços que o cimento não é capaz de preencher, criando uma interface homogênea [77]. Sabe-se que a heterogeneidade da interface pode provocar concentração de estresse e induzir falhas clínicas [26]. Dessa forma, o uso do adesivo pode ter ajudado a melhorar ou manter a resistência de união.

Podemos dizer que a contaminação com saliva, a limpeza e a termociclagem não foram muito importantes na adesão em ambas as cerâmicas, apesar de algumas diferenças estatísticas pontuais na resistência de união em 24h e após termociclagem. Porque essas reduções (grupo NEG na cerâmica à base de dissilicato de lítio, CT e WA em feldspática) ou aumentos (grupo AL na cerâmica à

base de dissilicato de lítio, PA e IC em feldspática) foram similares ou superiores à resistência de união do controle positivo.

O sofisma, de que estudo de qualidade é aquele que resulta em diferenças estatísticas significantes entre os grupos de estudo, foi refutado. Pois a inferência da não diferença entre os grupos apresenta um grande peso clinicamente. Ao dizer que as variáveis não interferiram na adesão, qualquer um dos métodos de limpeza testados foi efetivo e pode ser utilizado na remoção do contaminante. E mesmo que a contaminação durante a prova da restauração aconteça, essa parece não ser relevante na adesão da cerâmica ao cimento.

A premissa de que a peça cerâmica deva ser condicionada e silanizada somente após a prova em boca [5,15,49] é posta em xeque pelos presentes resultados. Haja vista que este estudo mostrou que a simplificação do processo adesivo representado pelo grupo SA não apresentou prejuízo na adesão imediata nem após a termociclagem. Logo, condicionar e silanizar a cerâmica antes do atendimento do paciente, otimiza o tempo clínico resumindo a consulta à prova seca e molhada (*try-in*), lavagem da cerâmica com água para remoção da saliva, secagem e cimentação. A união do tratamento de superfície prévio e da descontaminação com água seria o método mais prático e simples de ser fazer na clínica.

Em um estudo prévio desempenhado pela mesma equipe dessa dissertação [78], pesquisou-se o efeito da contaminação com a pasta *try-in* (usada para a escolha da cor do cimento resinoso de facetas) em cerâmicas vítreas previamente condicionadas e silanizadas. Não foi encontrada diferença na resistência de união desse método em relação ao controle (pasta *try-in* antes do condicionamento e silanização). Portanto, a simplificação do processo de cimentação adesiva é possível. A justificativa para a boa adesão é que, durante a prova da cerâmica em boca, o contato com a saliva e a limpeza da restauração removem as camadas mais superficiais do silano, restando apenas a camada mais importante para a adesão, a mais hidroliticamente estável e intimamente aderida à superfície cerâmica [79].

No momento em que o silano é aplicado e seco na superfície cerâmica são formadas 3 camadas com propriedades químicas e físicas distintas [80]. A camada mais interna (mais próxima à cerâmica) é a responsável pelas fortes ligações siloxanas. A camada intermediária é formada por oligômeros e algumas ligações siloxanas conectando os oligômeros, e pode ser hidrolisada por água quente [81]. A

camada mais externa também é composta por pequenos oligômeros adsorvidos à cerâmica. Essas duas últimas camadas, por serem fisicamente adsorvidas e não necessárias, podem ser removidas por solventes orgânicos ou água, deixando uma monocamada na superfície cerâmica [82,83]. Grande espessura do silano pode comprometer o efeito do silano, pois as multicamadas podem dificultar a ligação das moléculas do silano com a sílica da cerâmica [82]. A camada mais próxima da superfície cerâmica é hidroliticamente estável, quimicamente adsorvida, estruturalmente reticulada (*cross-linked*), uniforme e essencial para a adesão [81].

Dessa maneira, a lavagem da saliva com água após a contaminação da cerâmica previamente condicionada e silanizada (SA) pode ter removido as camadas mais superficiais do silano, deixando somente uma monocamada hidroliticamente estável para a adesão. Segundo Aboush [54], a silanização antes da contaminação por saliva protege a superfície da cerâmica e leva ao aumento da resistência de união, pois o silano impede a adesão da saliva à cerâmica previamente tratada. Isso corrobora para os bons resultados do grupo SA em ambas as cerâmicas mesmo após envelhecimento artificial.

Além disso, sabe-se que a superfície tratada com o ácido fluorídrico é hidrofílica (logo, susceptível à contaminação), mas o silano torna a cerâmica hidrofóbica, o que facilita a remoção do contaminante [84].

Não há consenso quanto à classificação e interpretação do padrão de fraturas, o que torna difícil a comparação das fraturas entre os diversos estudos. Existe a recomendação de utilização de MEV em todos os espécimes [85], apesar de reduzir a incerteza quanto à classificação, demanda muito tempo e apresenta alto custo. Portanto o método escolhido foi a microscopia por confocal, a qual ameniza a dificuldade de identificar as estruturas se comparada com o pequeno aumento proporcionado por um estereomicroscópio binocular com 4X de magnificação.

A predominância de fraturas adesivas na cerâmica à base de dissilicato de lítio se deve à maior resistência ao cisalhamento do que o adesivo ou o cimento, como também já foi reportado em outro trabalho [78].

Estudos sugerem que o aumento das fraturas adesivas pode corresponder à diminuição da resistência de união, devido à hidrólise das ligações químicas na superfície cerâmica, possivelmente causada pelo contaminante orgânico não removido [51,61]. Entretanto no presente estudo, grupos com altos valores de resistência de união apresentaram alta porcentagem de fraturas adesivas em ambas

as cerâmicas estudadas. Em ambas as cerâmicas não foram encontradas fraturas coesivas no cimento, assim como no estudo de Lise [6].

Somente a cerâmica feldspática apresentou fraturas coesivas na cerâmica, sugerindo que a resistência de união adesiva na interface seja superior à força coesiva da própria cerâmica [5]. Talvez possa ter ocorrido concentração de forças na área adesiva [66]. Também já foi relatado que a alta porcentagem de fraturas coesivas na cerâmica pode indicar que o substrato em si está sendo avaliado ao invés da interface adesão. Nota-se que há uma tendência à redução das fraturas coesivas na cerâmica feldspática e ao aumento das adesivas após a termociclagem, possivelmente pela maturação da adesão e degradação da interface.

Há relatos de que falhas coesivas no cimento ou mistas implicam ligações químicas estáveis [51]. Autoridades na área acreditam que a fratura mista (e/ou coesiva no cimento) indica melhor adesão que a falha adesiva [16,61]. As fraturas mistas não acompanhadas de redução da resistência de união, sugerem interpenetração do cimento e possível ligação química devido à presença do silano com MDP [6]. O grupo AL da cerâmica à base de dissilicato de lítio e o grupo PA da feldspática apresentaram essa correspondência do aumento da resistência de união com o aumento do número de fraturas mistas após a termociclagem. Entretanto, no grupo controle (CT) da cerâmica feldspática o aumento dessa relação foi inversa; ou seja, o aumento da fratura mista foi acompanhado de redução da adesão. Cabe ressaltar que no grupo IC da cerâmica feldspática, apesar do aumento da resistência após a termociclagem, a quantidade de fraturas mistas foi reduzida e aumentada as adesivas.

Está claro que o padrão de fratura não deve ser analisado isoladamente. Considerando os valores do teste de microcislamento parece que independentemente do tipo de fratura (coesiva, adesiva ou mista) parece não existir uma relação direta com a resistência de união [68]. Portanto, não é possível julgar a qualidade da adesão somente pelo padrão de fratura. Como o método de classificação das falhas é subjetivo, o que é uma fratura mista para um observador, pode ser adesiva ou coesiva no cimento para outro. Então o valor da resistência de união, o tipo de fratura, os testes de resistência à fadiga e a análise química e topográfica da superfície devem ser levados em consideração na análise da qualidade da adesão.

Para a análise de superfície e apuração da efetividade dos métodos de limpeza das amostras desse estudo dois métodos foram utilizados: o MEV, amplamente empregado nos estudos de cerâmicas; e o EDX. Apesar da maioria dos estudos sobre contaminação utilizarem o XPS [2,12-14,17], a análise por EDX também já foi relatada para analisar topografia e determinar distribuição espectral dos elementos presentes na superfície cerâmica [86]. O XPS é um método que irradia raios X na superfície da amostra e mensura a energia cinética dos fotoelétrons emitidos na amostra e, por conseguinte, identifica a composição química dos elementos constituintes do espécime [17]. O EDX consiste na identificação da composição química dos espécimes pela mensuração da quantidade de energia presente no raio X liberado pelo espécime durante o bombardeamento; dessa forma, a identidade do átomo do qual o raio X foi emitido pode ser estabelecida [87]. A diferença entre XPS e EDX é que o segundo, pode não detectar elementos em baixa concentração [31] e o primeiro pode identificar mais do que só elementos, mas sim compostos químicos.

Em ambas cerâmicas do presente estudo, foram encontradas grandes quantidades de Si e O, devido à própria composição vítrea [86]. Foi preferido desmarcar o elemento Au na análise, pois é o elemento base padrão da pulverização das amostras para MEV. Entretanto, o sinal para esse elemento pode coincidir com o sinal de P [86], assim pode ter implicado redução da mensuração de P. Os picos de carbono nos grupos CT+S e SA de ambas as cerâmicas pode ser explicado pela presença de silano [73]. Pois sabemos que o silano apresenta grupos metacrilatos repletos de carbono.

A análise química por EDX de amostras feldspática do grupo CT está em conformidade com a micromorfologia do estudo de Onisor e colaboradores [87], o qual encontrou predomínio dos elementos O, Si, Al, Mg, Na e K em cerâmicas feldspáticas condicionadas com ácido fluorídrico. Também está em conformidade com os resultados de Carvalho e colaboradores, o qual mostrou elementos comuns da microestrutura da própria cerâmica (Si, Na, Al, O, C), a qual é baseada em sílica ( $\text{SiO}_2$ ), feldspato de potássio ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O} \cdot 6\text{SiO}_2$ ) e feldspato de sódio ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O} \cdot 6\text{SiO}_2$ ) [35]. Não foram encontrados estudos que comparem métodos de limpeza utilizando-se EDX para esse tipo de cerâmica.

A saliva possui diversos componentes entre eles estão os cátions  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ; os ânions  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{C}^-$ ,  $\text{F}$  e  $\text{SCN}^-$ ; e os compostos orgânicos  $\text{C}_3\text{H}_3\text{O}^+$  e  $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}^+$  [52]. No geral, amostras contaminadas apresentam altos picos de C, H, N e O. Estudos nos quais a contaminação por saliva interferiu na resistência de união, encontrou-se altos picos de N e C (derivados das proteínas salivares) na cerâmica à base de dissilicato de lítio, se comparados ao controle sem saliva [52,73].

No estudo de Lyann e colaboradores [73], a análise XPS de amostras de cerâmica à base de dissilicato de lítio (não previamente condicionada) contaminadas com saliva comparadas com amostras não contaminadas tratadas com ácido fosfórico, ácido fluorídrico 5% e MEP obtiveram distribuição elemental semelhante.

O XPS de zircônia contaminada com sangue e saliva mostrou níveis elevados de carbono (54,5%), nitrogênio (8,9%) e sílica (1,9%)(14). No presente estudo, a porcentagem de carbono foi infinitamente menor para as cerâmicas contaminadas (grupo NEG) testadas: 7,22% (cerâmica a base de dissilicato de lítio) e 4,33% (feldspática); nitrogênio não foi identificado e os níveis de sílica foram maiores que os da zircônia, 27,81% em dissilicato de lítio e 23,38% em feldspática. Essa diferença nos níveis de sílica pode ser explicada devido à natureza da matriz das cerâmicas vítreas.

Um estudo [86] observou as mudanças estruturais na superfície e composição química da cerâmica à base de dissilicato de lítio polida, jateada, condicionada com HF 9% e contaminada com saliva após diferentes métodos de limpeza ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ , HF, Ivoclean, spray ar-água). Concluiu-se que não houve mudança na composição química após a remoção da saliva em comparação com o grupo controle. Portanto, todos os métodos foram efetivos na remoção da contaminação, assim como o presente estudo. As imagens SEM foram semelhantes entre todos os grupos. E também, houve predominância dos elementos C, O, Si, K e Au; e traços de Na, Mg e Al, corroborando o estudo desta dissertação. É importante ressaltar que não foi detectado o lítio (número atômico 3) naquele estudo e nem nesta dissertação, pois o EDS/EDX só detecta elementos com número atômico maior que 5.

Devido à similaridade da composição química e do padrão morfológico da superfície entre os grupos das cerâmicas, é possível sugerir que a contaminação salivar não deixou depósitos significativos de matéria orgânica, haja vista que o grupo NEG não destoou dos demais grupos em ambas as cerâmicas. E também,

que os métodos de limpeza foram efetivos na remoção da saliva. Como somente um espécime de cada grupo foi preparado, mais investigações são necessárias para extrapolar esses resultados.

Avaliando as imagens de MEV em ambas as cerâmicas, depósitos de contaminantes não foram observados. Assim como no estudo de Borges e colaboradores, no qual as amostras de dissilicato de lítio sem contaminação, com contaminação e as descontaminadas por álcool, Ivoclean e ácido fosfórico não obtiveram grandes mudanças na topografia [16]. Entretanto, em outro trabalho, comparado o controle positivo não contaminado com o uso do Ivoclean em cerâmica à base de dissilicato de lítio, remanescentes foram encontrados [20].

Apesar do bom desempenho do álcool, água, ácido fosfórico e Ivoclean após a contaminação com saliva da cerâmica previamente contaminada, o protocolo mais prático para o cirurgião-dentista e paciente é o representado pelo grupo SA. Pois devido ao alto custo do Ivoclean, ele pode não estar disponível facilmente [88]. O álcool, lavagem com água e o condicionamento com ácido fosfórico apesar de serem acessíveis, demandam mais tempo. Nesses protocolos, o paciente precisa aguardar na cadeira a descontaminação da cerâmica, aplicação do silano, esperar 1min a evaporação dos solventes seguido de jato de ar por 10s em cada restauração. Em razão da manutenção da resistência de união do grupo SA após a termociclagem, da ausência de depósitos orgânicos nas fotomicrografias e da semelhança química com o controle não contaminado chama-se a atenção para a vantagem desse protocolo para a cimentação de cerâmicas vítreas. Assim, o condicionamento ácido da cerâmica, seguido de silanização antes do procedimento *try-in* no paciente, reduz o tempo de espera do paciente e otimiza o tempo clínico do dentista. Além disso, a sessão resumir-se-á a prova da cerâmica em boca (escolha da cor do cimento e verificação de tamanho e forma), lavagem com água (remoção da saliva e pasta *try-in*), secagem e cimentação.

O tratamento de superfície, o adesivo, cimento resinoso, tipo de cerâmica e silano desempenham um papel importante na adesão. Além disso, os resultados da resistência de união, o padrão de fratura, a micromorfologia e a distribuição espectral química devem ser analisados juntamente com estudos clínicos e metanálises. Considerando o fato de que a maior parte das falhas restauradoras ocorrem na interface adesiva entre dente e cimento, uma das limitações desse estudo *in vitro* consiste na não replicação da adesão ao tecido dentário (esmalte e

dentina). Ainda não é possível extrapolar os resultados diretamente para a condição clínica. Entretanto, os resultados promissores abrem caminhos para a corroboração clínica.

## 6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando as limitações do presente estudo *in vitro*, conclui-se que a contaminação com saliva e os métodos de descontaminação não interferiram na adesão. Apesar da termociclagem ter afetado alguns grupos, essas diferenças foram pontuais e não inferiores aos valores de resistência de união do controle sem contaminação. A análise química e a topografia da superfície cerâmica não apresentaram diferenças significativas. Destaca-se a possibilidade de condicionamento e silanização prévios à chegada do paciente, subsequente prova seca e molhada em boca, lavagem da cerâmica com água, secagem e cimentação como o protocolo mais rápido, prático e fácil para o dentista e paciente. Além disso, esse protocolo simplificado não interferiu na adesão a curto e longo prazo e não apresentou resíduos de contaminantes.

## REFERÊNCIAS

1. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015;28(3):227-35.
2. Yoshida K. Influence of cleaning methods on resin bonding to saliva-contaminated zirconia. *J Esthet Restor Dent*. 2018;30(3):259-64.
3. Inokoshi M, Poitevin A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia. *Clin Oral Investig*. 2014;18(7):1803-12.
4. Ozcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*. 2015;17(1):7-26.
5. Barghi N, Chung K, Farshchian F, Berry T. Effects of the solvents on bond strength of resin bonded porcelain. *J Oral Rehabil*. 1999;26(11):853-7.
6. Lise DP, Perdigao J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Oper Dent*. 2015;40(5):524-32.
7. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater*. 2018;34(1):13-28.
8. Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarca LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater*. 2007;23(11):1323-31.
9. Matinlinna J, Ozcan M, Lassila L, Kalk W, Vallittu P. Effect of the cross-linking silane concentration in a novel silane system on bonding resin-composite cement. *Acta Odontol Scand*. 2008;66(4):250-5.
10. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89(3):268-74.

11. Quaas AC, Yang B, Kern M. Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater*. 2007;23(4):506-12.
12. Yang B, Lange-Jansen HC, Scharnberg M, Wolfart S, Ludwig K, Adelung R, et al. Influence of saliva contamination on zirconia ceramic bonding. *Dent Mater*. 2008;24(4):508-13.
13. Yang B, Wolfart S, Scharnberg M, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Influence of contamination on zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2007;86(8):749-53.
14. Phark JH, Duarte S, Jr., Kahn H, Blatz MB, Sadan A. Influence of contamination and cleaning on bond strength to modified zirconia. *Dent Mater*. 2009;25(12):1541-50.
15. Prata RA, de Oliveira VP, de Menezes FC, Borges GA, de Andrade OS, Goncalves LS. Effect of 'Try-in' paste removal method on bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Dent*. 2011;39(12):863-70.
16. Borges ALS, Posritong S, Özcan M, Campos F, Melo R, Bottino MC. Can Cleansing Regimens Effectively Eliminate Saliva Contamination from Lithium Disilicate Ceramic Surface? *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2017;25(1):9-14.
17. Takahashi A, Takagaki T, Wada T, Uo M, Nikaido T, Tagami J. The effect of different cleaning agents on saliva contamination for bonding performance of zirconia ceramics. *Dent Mater J*. 2018;37(5):734-9.
18. Feitosa SA, Patel D, Borges AL, Alshehri EZ, Bottino MA, Özcan M, et al. Effect of cleansing methods on saliva-contaminated zirconia--an evaluation of resin bond durability. *Oper Dent*. 2015;40(2):163-71.
19. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Pecho O, et al. Adhesion to Dental Ceramics. *Current Oral Health Reports*. 2014;1:232-8.
20. Aladağ A, Elter B, Çömlekoğlu E, Kanat B, Sonugelen M, Kesercioğlu A, et al. Effect of different cleaning regimens on the adhesion of resin to saliva-contaminated ceramics. *J Prosthodont*. 2015;24(2):136-45.

21. Guarda GB, Correr AB, Goncalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, et al. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent*. 2013;38(2):208-17.
22. Bergoli CD, de Carvalho RF, Luz JN, Luz MS, Meincke DK, Saavedra Gde S. Ceramic Repair Without Hydrofluoric Acid. *J Adhes Dent*. 2016;18(4):283-7.
23. Garcia-Sanz V, Paredes-Gallardo V, Mendoza-Yero O, Carbonell-Leal M, Albaladejo A, Montiel-Company JM, et al. The effects of lasers on bond strength to ceramic materials: A systematic review and meta-analysis. *PLoS One*. 2018;13(1):e0190736.
24. Yavuz T, Ozyilmaz OY, Dilber E, Tobi ES, Kilic HS. Effect of Different Surface Treatments on Porcelain-Resin Bond Strength. *J Prosthodont*. 2017;26(5):446-54.
25. Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont*. 2002;15(3):248-53.
26. Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, Burrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. *Dent Mater*. 2014;30(7):e147-62.
27. Wong ACH, Tian T, Tsoi JKH, Burrow MF, Matinlinna JP. Aspects of adhesion tests on resin-glass ceramic bonding. *Dent Mater*. 2017;33(9):1045-55.
28. Murillo-Gomez F, Palma-Dibb RG, De Goes MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. *Dent Mater*. 2018;34(6):944-55.
29. 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.
30. Magalhaes APR, Decurcio RA, Ojeda GPD, Teixeira TR, Cardoso PC. Does Post-etching Cleaning Influence Bond Strength of Lithium Disilicate Laminate Veneers? *Compend Contin Educ Dent*. 2017;38(5):e9-e12.
31. Belli R, Guimaraes JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent*. 2010;12(4):295-303.

32. Cotes C, de Carvalho RF, Kimpara ET, Leite FP, Ozcan M. Can heat treatment procedures of pre-hydrolyzed silane replace hydrofluoric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic? *J Adhes Dent.* 2013;15(6):569-74.
33. Meng XF, Yoshida K, Gu N. Chemical adhesion rather than mechanical retention enhances resin bond durability of a dental glass-ceramic with leucite crystallites. *Biomed Mater.* 2010;5(4):044101.
34. Murillo-Gomez F, Rueggeberg FA, De Goes MF. Short- and Long-Term Bond Strength Between Resin Cement and Glass-Ceramic Using a Silane-Containing Universal Adhesive. *Oper Dent.* 2017;42(5):514-25.
35. de Carvalho RF, Cotes C, Kimpara ET, Leite FP, Ozcan M. Heat treatment of pre-hydrolyzed silane increases adhesion of phosphate monomer-based resin cement to glass ceramic. *Braz Dent J.* 2015;26(1):44-9.
36. Melo LA, Moura IS, Almeida EO, Junior ACF, Dias TGS, Leite FPP. Efficacy of prostheses bonding using silane incorporated to universal adhesives or applied separately: A systematic review. *J Indian Prosthodont Soc.* 2019;19(1):3-8.
37. Bertolini JC. Hydrofluoric acid: a review of toxicity. *J Emerg Med.* 1992;10(2):163-8.
38. Ozcan M, Allahbeickaraghi A, Dundar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clin Oral Investig.* 2012;16(1):15-23.
39. Siqueira FS, Alessi RS, Cardenas AF, Kose C, Souza Pinto SC, Bandeca MC, et al. New Single-bottle Ceramic Primer: 6-month Case Report and Laboratory Performance. *J Contemp Dent Pract.* 2016;17(12):1033-9.
40. Roman-Rodriguez JL, Perez-Barquero JA, Gonzalez-Angulo E, Fons-Font A, Bustos-Salvador JL. Bonding to silicate ceramics: Conventional technique compared with a simplified technique. *J Clin Exp Dent.* 2017;9(3):e384-e6.
41. Lyann SK, Takagaki T, Nikaido T, Uo M, Ikeda M, Sadr A, et al. Effect of Different Surface Treatments on the Tensile Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramics. *J Adhes Dent.* 2018;20(3):261-8.

42. Lopes GC, Perdigao J, Baptista D, Ballarin A. Does a Self-Etching Ceramic Primer Improve Bonding to Lithium Disilicate Ceramics? Bond Strengths and FESEM Analyses. *Oper Dent*. 2018.
43. Lendenmann U, Grogan J, Oppenheim FG. Saliva and dental pellicle--a review. *Adv Dent Res*. 2000;14:22-8.
44. Baier RE, Glantz PO. Characterization of oral in vivo films formed on different types of solid surfaces. *Acta Odontol Scand*. 1978;36(5):289-301.
45. Hannig M. Transmission electron microscopic study of in vivo pellicle formation on dental restorative materials. *Eur J Oral Sci*. 1997;105(5 Pt 1):422-33.
46. Hannig C, Hannig M. The oral cavity--a key system to understand substratum-dependent bioadhesion on solid surfaces in man. *Clin Oral Investig*. 2009;13(2):123-39.
47. Hannig M. Ultrastructural investigation of pellicle morphogenesis at two different intraoral sites during a 24-h period. *Clin Oral Investig*. 1999;3(2):88-95.
48. Angkasith P, Burgess JO, Bottino MC, Lawson NC. Cleaning Methods for Zirconia Following Salivary Contamination. *J Prosthodont*. 2016;25(5):375-9.
49. Roulet JF, Soderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res*. 1995;74(1):381-7.
50. Chintapalli RK, Marro FG, Jimenez-Pique E, Anglada M. Phase transformation and subsurface damage in 3Y-TZP after sandblasting. *Dent Mater*. 2013;29(5):566-72.
51. Klosa K, Wolfart S, Lehmann F, Wenz HJ, Kern M. The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Adhes Dent*. 2009;11(2):127-35.
52. Lapinska B, Rogowski J, Nowak J, Nissan J, Sokolowski J, Lukomska-Szymanska M. Effect of Surface Cleaning Regimen on Glass Ceramic Bond Strength. *Molecules*. 2019;24(3).

53. Silverstone LM, Hicks MJ. The structure and ultrastructure of the carious lesion in human dentin. *Gerodontics*. 1985;1(4):185-93.
54. Aboush YE. Removing saliva contamination from porcelain veneers before bonding. *J Prosthet Dent*. 1998;80(6):649-53.
55. Bock T, Özcan M. Protocol for Removal of Clinically Relevant Contaminants from Glass Ceramic-based Restorations. *J Adhes Dent*. 2015;17(5):474-5.
56. Nicholls JI. Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J Prosthet Dent*. 1988;60(4):443-7.
57. Yoshida F, Tsujimoto A, Ishii R, Nojiri K, Takamizawa T, Miyazaki M, et al. Influence of surface treatment of contaminated lithium disilicate and leucite glass ceramics on surface free energy and bond strength of universal adhesives. *Dent Mater J*. 2015;34(6):855-62.
58. Ishii R, Tsujimoto A, Takamizawa T, Tsubota K, Suzuki T, Shimamura Y, et al. Influence of surface treatment of contaminated zirconia on surface free energy and resin cement bonding. *Dent Mater J*. 2015;34(1):91-7.
59. Alnassar T, Vohra F, Abualsaud H, Al-Thobity AM, Flinton R. Efficacy of novel cleansing agent for the decontamination of lithium disilicate ceramics: a shear bond strength study. *Journal of Adhesion Science & Technology*. 2017;31(2):202-10.
60. Abuhaimed TS, Abou Neel EA. Sodium Hypochlorite Irrigation and Its Effect on Bond Strength to Dentin. *Biomed Res Int*. 2017;2017:1930360.
61. Nikolaus F, Wolkewitz M, Hahn P. Bond strength of composite resin to glass ceramic after saliva contamination. *Clin Oral Investig*. 2013;17(3):751-5.
62. Matias PMS, Pereira PNR, Tavares FS, editors. A influência da contaminação, limpeza e resilanização na cimentação de cerâmicas vítreas. 33a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica; 2015; Campinas: Braz Oral Res.
63. Tedesco TK, Montagner AF, Skupien JA, Soares FZ, Susin AH, Rocha RO. Starch tubing: an alternative method to build up microshear bond test specimens. *J Adhes Dent*. 2013;15(4):311-5.

64. International Organization For Standardization, Metal-resin adhesion, Amendment 1, ISO 10477. 1996.
65. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010;26(2):e50-62.
66. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007;23(9):1086-92.
67. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ, Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003;19(8):693-9.
68. Magne P, Bruzi G, Carvalho AO, Enciso R, Giannini M. Optimization of heat-dried silane application for CAD/CAM ceramic resin bonding. *Nanoscience and Nanotechnology.* 2018;1(1):1-8.
69. Crim GA, Swartz ML, Phillips RW. Comparison of four thermocycling techniques. *J Prosthet Dent.* 1985;53(1):50-3.
70. Kim RJ, Woo JS, Lee IB, Yi YA, Hwang JY, Seo DG. Performance of universal adhesives on bonding to leucite-reinforced ceramic. *Biomater Res.* 2015;19:11.
71. Pereira PC, Castilho AA, Souza RO, Passos SP, Takahashi FE, Bottino MA. A comparison of the film thickness of two adhesive luting agents and the effect of thermocycling on their microTBs to feldspathic ceramic. *Acta Odontol Latinoam.* 2009;22(3):191-200.
72. Swift B, Walls AW, McCabe JF. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. *Br Dent J.* 1995;179(6):203-8.
73. Lyann SK, Takagaki T, Nikaido T, Wada T, Uo M, Ikeda M, et al. Efficacy of Various Surface Treatments on the Bonding Performance of Saliva-contaminated Lithium-Disilicate Ceramics. *J Adhes Dent.* 2019;21(1):51-8.
74. Negreiros WM, Ambrosano GMB, Giannini M. Effect of cleaning agent, primer application and their combination on the bond strength of a resin cement to two yttrium-tetragonal zirconia polycrystal zirconia ceramics. *Eur J Dent.* 2017;11(1):6-11.

75. Cardenas AM, Siqueira F, Hass V, Malaquias P, Gutierrez MF, Reis A, et al. Effect of MDP-containing Silane and Adhesive Used Alone or in Combination on the Long-term Bond Strength and Chemical Interaction with Lithium Disilicate Ceramics. *J Adhes Dent.* 2017;19(3):203-12.
76. Sundfeld Neto D, Naves LZ, Costa AR, Correr AB, Consani S, Borges GA, et al. The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration on the Bond Strength and Morphology of the Surface and Interface of Glass Ceramics to a Resin Cement. *Oper Dent.* 2015;40(5):470-9.
77. Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Goncalves LS, Sinhorette MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent.* 2010;35(4):420-7.
78. Matias PMS, Hilgert LA, Pereira PNR. Influence of try-in moment on bonding between cement and ceramics. *Dental Materials.* 2016;32:e14-e5.
79. Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am.* 2011;55(2):311-32, ix.
80. Ishida H. Structural gradient on the silane coupling agent layers and its influence on the mechanical and physical properties of composites. In: Ishida H, Kumar G, editors. *Molecular characterization of composite interfaces.* New York: Plenum Press; 1985. p. 25-50.
81. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002;18(2):179-88.
82. Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004;91(5):453-8.
83. Baratto SS, Spina DR, Gonzaga CC, Cunha LF, Furuse AY, Baratto Filho F, et al. Silanated Surface Treatment: Effects on the Bond Strength to Lithium Disilicate Glass-Ceramic. *Braz Dent J.* 2015;26(5):474-7.
84. Pegoraro TA, da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am.* 2007;51(2):453-71, x.

85. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010;26(2):e78-93.
86. Lapinska B, Sokolowski J, Klimek L, Lukomska-Szymanka M. Surface Structure and Chemical Composition of Hydrofluoric Acid-Etched Lithium Disilicate Ceramic After Application of Different Cleaning Methods of Saliva Contamination Removal. *Dent Med Probl.* 2015;52(1):71-7.
87. Onisor I, Rocca GT, Krejci I. Micromorphology of ceramic etching pattern for two CAD-CAM and one conventional feldspathic porcelain and need for post-etching cleaning. *Int J Esthet Dent.* 2014;9(1):54-69.
88. Irmak Ö, Yaman BC, Orhan EO, Kılıçarslan MA, Mante FK, Ozer F. Influence of cleaning methods on bond strength to saliva contaminated zirconia. *J Esthet Restor Dent.* 2018;30(6):551-6.

## **PRESS RELEASE**

A literatura não é clara sobre como o cirurgião dentista deve proceder quando a saliva entra em contato com a restauração cerâmica no momento da prova em boca antes de sua cimentação. O presente estudo laboratorial teve por objetivo avaliar a influência da contaminação salivar e de diferentes métodos de limpeza na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso. Fatias de dois tipos de cerâmicas vítreas (à base de dissilicato de lítio e feldspáticas) foram tratadas simulando a face interna de uma restauração cerâmica, contaminados por saliva e limpos por diferentes métodos (água, álcool, ácido fosfórico e pasta de limpeza Ivoclean) antes da silanização e comparados a grupos controle positivo (sem contaminação) e negativo (sem limpeza), além de um grupo onde a contaminação era realizada já após o uso do silano. Os resultados não mostraram diferenças significativas entre os diferentes grupos testados. O envelhecimento por ciclos térmicos não influenciou a maior parte dos grupos testados. Antes e após a termociclagem, todos os métodos de limpeza das cerâmicas apresentaram resultados comparáveis ou superiores ao grupo controle não contaminado. Assim, destaca-se o grupo em que a contaminação por saliva foi feita após o preparo e silanização da superfície cerâmica. Este método permite ao cirurgião-dentista que condicione e silanize as restaurações antes da prova em boca e apenas limpe com água e ar antes da aplicação do adesivo, assim reduzindo o tempo clínico na sessão de cimentação. Mais estudos ainda são necessários para a recomendação clínica desse protocolo simplificado, mas são possibilidades promissoras e de grande relevância clínica.