

UNIVERSIDADE DE RIBEIRÃO PRETO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

RHUY DALL AGNOL

INFLUÊNCIA DA VISCOSIDADE DO AGENTE DE CIMENTAÇÃO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO E NO REFORÇO DE LAMINADOS
VITROCERÂMICOS

RIBEIRÃO PRETO

2018

Rhuy Dall Agnol

INFLUÊNCIA DA VISCOSIDADE DO AGENTE DE CIMENTAÇÃO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO E NO REFORÇO DE LAMINADOS
VITROCERÂMICOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Odontologia, área de concentração em Implantodontia.

Orientadora: Profa. Dra. Érica Alves Gomes

Co-orientador: Prof. Dr. Aloísio Oro Spazzin

Ribeirão Preto

2018

Ficha catalográfica preparada pelo Centro de Processamento
Técnico da Biblioteca Central da UNAERP

- Universidade de Ribeirão Preto -

Dall Agnol, Rhuy, 1983 -

Influência da viscosidade do agente de cimentação na resistência de união e
no reforço de laminados vitrocerâmicos

Rhuy Dall Agnol - Ribeirão Preto, 2018.

64 f.: il. color.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Érica Alves Gomes.

Tese (doutorado) – Universidade de Ribeirão Preto, UNAERP, Odontologia,
área de concentração: Implantodontia. Ribeirão Preto, 2018.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha orientadora, Profa. Dra. Érica Alves Gomes, agradeço sinceramente pela orientação, conhecimento dividido, disponibilidade, receptividade e todo o auxílio durante as fases do doutorado. Muito obrigado.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Aloísio Oro Spazzin por dividir os conceitos iniciais que originaram essa tese, ensinamentos, amizade, disponibilidade atemporal e exemplo de profissional. Muito obrigado e desejo muito sucesso em sua trajetória.

À Profa. Dra. Izabela Cristina Maurício Moris pela imensa disponibilidade, conhecimento e todo o auxílio durante o período que estive em Ribeirão Preto.

Ao Prof. Ms. Rodrigo Alessandretti por todo o auxílio durante a etapa laboratorial da confecção desse trabalho, disponibilidade e amizade conquistadas, muito obrigado.

Ao Prof. Dr. Gabriel Kalil Rocha Pereira e ao Prof. Dr. Rodrigo Varella de Carvalho pelas considerações imprimidas durante a qualificação dessa tese.

A Prof. Ms. Suzi Wahl (Su) e ao Valter, por estarem aqui e andarem comigo.

AGRADECIMENTOS

À Universidade de Ribeirão Preto, por meio da Magnífica Reitora **Profa. Elmara Lúcia de Oliveira Bonini** e à Faculdade Meridional (IMED), por meio do diretor geral **Eduardo Capelari**, por possibilitar a oportunidade de cursar o doutorado.

À coordenadora do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, **Profa. Dra. Yara T. Corrêa Silva Sousa**, pela oportunidade em realizar o doutorado, pelos ensinamentos transmitidos, pela simpatia, e por não medir esforços pela constante evolução do programa *stricto sensu*.

Ao corpo docente do curso do Programa de Pós-graduação da Universidade de Ribeirão Preto: **Prof. Dr. Edson Alfredo, Profa. Dra. Érica Alves Gomes, Prof. Dr. Fuad Jacob Abi Rached Junior, Profa. Dra. Larissa S. C. Raucci, Prof. Dr. Paulo Esteves Pinto Faria, Prof. Dr. Silvio Rocha Corrêa da Silva, Prof. Dr. Walter Raucci Neto e Profa. Dra. Yara T. Corrêa Silva Sousa**, pelos ensinamentos transmitidos.

Ao Prof. Dr. Manoel D. Souza Neto, da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP-USP), pela presença e extenso conhecimento compartilhado.

Ao corpo docente do curso do Programa de Pós-graduação da Faculdade Meridional: **Prof. Dr. Aloísio Oro Spazzin, Prof. Dr. Ataís Bacchi, Prof. Dr. Gabriel Kalil Rocha Pereira, Profa. Dra. Graziela Oro Cericato, Profa. Dra. Lilan Rigo, Prof. Dr. Rafael Sarkis Onofre, Prof. Dr. Rodrigo Varella de Carvalho**, pelo conhecimento compartilhado, pelo auxílio durante o doutorado e todas as dúvidas prontamente esclarecidas.

Aos colegas do curso de doutorado, **Profa. Alexandra Magalhães Silveira, Profa. Ana Maria Estacia Silveira, Prof. Carlos Alberto Rech, Profa. Flávia Baldissarelli, Prof. George Herbert Ruschell, Profa. Juliana de Camargo Jetelina, Profa. Larissa Cunha Cé, Prof. Leandro Cericato, Prof. Leonardo Federizzi, Profa. Michele Bortoluzzi de Conto Ferreira, Prof. Nereu Roque Dartora**, pela bela convivência que tivemos durante o curso.

Ao técnico Rodrigo Silva do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (USP/ FFCLRP) pelo auxílio técnico na microscopia eletrônica de varredura.

A Silvia, por cuidar do consultório enquanto estive ausente.

Aos que contribuíram de alguma forma para a realização desse trabalho.

RESUMO

O objetivo desse trabalho foi avaliar a influência da viscosidade de três agentes de cimentação à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida) na resistência de união e reforço de duas vitrocerâmicas utilizadas em sistemas CAD / CAM (DL - dissilicato de lítio e SLZ - silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia). Inicialmente, a viscosidade dos agentes de cimentação à base de resina foi determinada com reômetro e classificada em: baixa viscosidade (BV), média viscosidade (MV) e alta viscosidade (AV). Para a resistência de união (RU) os blocos vitrocerâmicos pré-cristalizados foram seccionados em formato de barra com dimensões 12 mm altura × 2 mm espessura × 14 mm largura e cristalizados de acordo com as instruções dos fabricantes. Após, as barras foram incluídas e a superfície exposta da vitrocerâmica foi condicionada com ácido hidrófluorídrico 10 % + silano. Matrizes de silicone foram posicionadas sobre a superfície condicionada e utilizadas para formar cilindros dos agentes de cimentação para ser submetidos ao teste de microcisalhamento. O padrão de falha da RU foi classificado em estereomicroscópio com aumento de 30 ×. Para a resistência à flexão biaxial os blocos vitrocerâmicos pré-cristalizados foram desgastados axialmente e seccionados em discos de 12 mm de diâmetro × 0,4 mm de espessura. Todos os discos foram cristalizados e condicionados com ácido hidrófluorídrico 10% + silano e divididos aleatoriamente em 8 grupos (n = 30): DL e SLZ controle (monocamadas) ou recobertos com os agentes de cimentação BV, MV ou AV (bi-camadas). Os discos foram posicionados em dispositivo pistão - anel e a resistência à flexão biaxial foi determinada na posição axial $z = 0$ (interface adesiva) e $z = -t_2$ (superfície do agente de cimentação em contato com o anel). A resistência à flexão foi simulada pelo método dos elementos finitos (MEF) para avaliar a distribuição de tensões. A caracterização morfológica dos agentes de cimentação, interface adesiva e análise fractográfica foram realizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados da viscosidade foram submetidos a análise de variância de um fator e *post hoc* de Tukey ($p < 0,05$) enquanto que, os dados da resistência de união e flexão biaxial foram submetidos a análise de duas variâncias, calculado o intervalo de confiança (IC 95 %) e análise de Weibull. Além disso, as médias da resistência de união e flexão biaxial foram submetidas a correlação de Pearson. A resina composta aquecida apresentou a maior viscosidade diferindo estatisticamente dos demais agentes de cimentação. Os maiores valores de resistência de união e à flexão ($z = 0$) foram registrados para o agente de cimentação de média viscosidade com diferenças significativas para BV e AV. Os menores valores de resistência de união e à flexão ($z = 0$) foram observados para a resina composta aquecida, entretanto, a resistência em $z = -t_2$, a resina composta aquecida apresentou os maiores valores, para ambas vitrocerâmicas, diferindo estatisticamente de BV e MV. A resina composta aquecida promoveu a maior absorção de tensões, embora as imagens em MEV demonstrem uma dificuldade da resina aquecida preencher as irregularidades na superfície condicionada da vitrocerâmica. Uma correlação moderadamente positiva foi observada entre a resistência de união e à flexão biaxial, embora significativa. Assim, pode-se concluir que viscosidade dos agentes de cimentação influenciaram significativamente na resistência de união e capacidade de reforço de DL e SLZ.

Palavras-chave: Cerâmica. Resistência ao cisalhamento. Cimentos de resina. Viscosidade. Microscopia eletrônica de varredura

SUMMARY

The objective of this work was to evaluate the influence of the viscosity of three resin based cementing agents (resin cement, resin cement base paste and pre-heated composite resin) on bond strength and reinforcement of two glass ceramics used in CAD / CAM systems (lithium disilicate and SLZ - lithium silicate reinforced with zirconium oxide). Initially, the viscosity of the resin based cementation agents was determined with rheometer and classified as: low viscosity (BV), medium viscosity (MV) and high viscosity (AV). For the bonding strength (SB) the pre-crystallized glass ceramic blocks were sectioned in bar shape with dimensions 12 mm height \times 2 mm thickness \times 14 mm width and crystallized according to the manufacturers instructions. Afterwards, the bars were included and the exposed surface of the glass ceramic was conditioned with 10 % hydrofluoric acid + silane. Silicon matrices were positioned on the conditioned surface and used to form cylinders of the cementing agents to be submitted to the micro-shear test. The SB failure pattern was classified in a stereomicroscope with a 30 \times magnification. For biaxial flexural strength pre-crystallized glass ceramic blocks were axially worn and sectioned on 12 mm diameter \times 0.4 mm thick discs. All disks were crystallized and conditioned with 10% hydrofluoric acid + silane and randomly divided into 8 groups (n = 30): DL and SLZ control (monolayers) or coated with BV, MV or AV (bi-layered). The discs were placed in a ball-on-ring device and the biaxial flexural strength was determined at axial position $z = 0$ (adhesive interface) and $z = -t_2$ (surface of the cementing agent in contact with the ring). The flexural strength was simulated by the finite element method (FEA) to evaluate the stress distribution. The morphological characterization of cementing agents, adhesive interface and fractographic analysis were performed by scanning electron microscopy (SEM). The viscosity data were submitted to one-way variance analysis and Tukey's post-hoc ($p < 0.05$), while the biaxial bond strength and flexural data were submitted to two-way analysis, (95% CI) and Weibull's analysis. In addition, the means of bond strength and biaxial flexure were subjected to Pearson's correlation. The pre-heated composite resin presented the highest viscosity differing statistically from the other cementing agents. The highest values of bond strength and flexural strength ($z = 0$) were recorded for the medium viscosity cementation agent with significant differences for BV and AV. The lowest values of bond strength and flexural strength ($z = 0$) were observed for the pre-heated composite resin, however, the resistance at $z = -t_2$, the pre-heated composite showed the highest values for both glass ceramics, differing statistically from BV and MV. The pre-heated composite resin promoted the greatest absorption of tensions, although the SEM images show a difficulty of the pre-heated resin to fill the irregularities in the conditioned surface of the glass ceramic. A moderately positive correlation was observed between bond strength and biaxial flexure, although significant. Thus, it can be concluded that viscosity of the cementing agents had a significant influence on bond strength and reinforcing capacity of DL and SLZ.

Keywords: Ceramic. Shear strength. Resin cements. Viscosity. Scanning electron microscopy.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	9
2. PROPOSIÇÃO	13
2.1 <i>Objetivo geral</i>	13
2.2 <i>Objetivos específicos</i>	13
3. MATERIAL E MÉTODOS	14
3.1 Delineamento do estudo.....	14
3.2 Determinação da viscosidade dos agentes de cimentação à base de resina.....	15
3.3 Determinação da resistência de união (RU).....	16
3.3.1 Obtenção das barras vitrocerâmicas.....	16
3.3.2 Inclusão das barras vitrocerâmicas.....	17
3.3.3 Procedimentos adesivos e confecção dos cilindros de agente dos cimentação.....	19
3.3.4 Ensaio mecânico de microcisalhamento.....	21
3.3.5 Análise do modo de falha.....	22
3.4 Determinação da resistência à flexão biaxial (σ_{bf}).....	23
3.4.1 Obtenção dos discos vitrocerâmicos.....	23
3.4.2 Procedimentos adesivos.....	24
3.4.3 Ensaio mecânico de resistência à flexão biaxial.....	27
3.5 Análise estatística.....	30
3.6 Análise da morfologia dos agentes de cimentação à base de resina e interface adesiva.....	31
3.7 Análise fractográfica.....	32
3.8 Método dos elementos finitos (MEF).....	32
4. RESULTADOS	34
4.1 Viscosidade.....	34
4.2 Resistência de união.....	33
4.3 Resistência à flexão biaxial.....	37
4.4 Correlação entre a viscosidade dos agentes de cimentação, resistência de união e resistência à flexão biaxial.....	41
4.5 Morfologia dos agentes de cimentação e interface adesiva.....	42
4.6 Análise Fractográfica.....	45
4.7 Método elementos finitos.....	48
5. DISCUSSÃO	50
6. CONCLUSÃO	57
REFERÊNCIAS	58

1. INTRODUÇÃO

Os laminados cerâmicos representam uma importante modalidade de tratamento e frequentemente são utilizados para modificações estéticas das estruturas dentais relacionados à cor, tamanho, forma e volume, além da recuperação de estrutura dental perdida por cárie ou fraturas (BELSER; MAGNE; MAGNE, 1997; RADZ, 2011; FEDERIZZI et al., 2016).

Os conceitos iniciais do uso de laminados cerâmicos, foram descritos, como tratamento restaurador temporário e somente após a evolução dos materiais odontológicos associado ao emprego de técnicas restauradoras minimamente invasivas, baseada na adesão e preservação das estruturas de suporte do remanescente dental, houve a possibilidade de prolongar a longevidade desses tratamentos (PINCUS, 1938; BELSER; MAGNE; MAGNE, 1997; RADZ, 2011). Acompanhamentos clínicos de laminados cerâmicos demonstram elevada taxa de sucesso, com aproximadamente 93,5% de sobrevivência, após 10 anos de utilização (BEIER et al., 2012).

Os materiais cerâmicos apresentam excelente capacidade de mimetizar as estruturas dentais, possuem estabilidade de cor, resistência ao desgaste, biocompatibilidade e possibilitam adesão aos tecidos dentais (SANTOS et al., 2015). Estruturalmente, os materiais cerâmicos são formados por uma fase vítrea e uma cristalina, sendo que a distribuição quantitativa entre essas fases determinam as propriedades mecânicas, químicas e ópticas desses materiais, além de sistematizar a classificação (KELLY, 1999; SANTOS et al., 2015). Dentre as categorias das cerâmicas indicadas para a confecção de laminados, estão as cerâmicas feldspáticas, feldspáticas reforçadas por leucita ou as vitrocerâmicas (SANTOS et al., 2015). Embora as cerâmicas feldspáticas apresentem baixa resistência à flexão, devido ao exclusivo conteúdo vítreo e conseqüente incapacidade de sofrer deformações plásticas (KELLY, 1999), ainda apresentam desempenho clínico satisfatório, com aproximadamente 96% de sobrevivência, após 21 anos de utilização (LAYTON; WALTON, 2012).

As vitrocerâmicas apresentam maior resistência mecânica e excelentes propriedades ópticas, tendo como referência clínica e laboratorial o dissilicato de lítio, podendo ser produzidas por termoprensagem ou fresagem em sistemas CAD / CAM (*Computer Aided Design / Computer Aided Manufacture* - Desenho Assistido por Computador / Manufatura Assistida por Computador) (WILLARD; CHU, 2018). Inicialmente, o dissilicato de lítio foi introduzido como material de infraestrutura e alcançou grande popularidade devido às suas características de translucidez e adesividade, quando comparado com materiais de alta resistência à flexão, como as cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro (RITTER, 2010). Entretanto, melhorias nas propriedades ópticas aumentaram a translucidez e viabilizaram diferentes tonalidades de cores, tornando possível que o dissilicato de lítio pudesse ser confeccionado com contornos anatômicos monolíticos (FASBINTER et al., 2010). Estudos clínicos demonstraram uma taxa de sucesso de 99%, após 4 anos, para

restaurações monolíticas confeccionadas em CAD / CAM com dissilicato de lítio (SULAIMAN; DELGADO; DONOVAN, 2015). Além disso, GUESS et al. (2013), demonstraram que restaurações monolíticas confeccionadas com dissilicato de lítio foram satisfatórias após 7 anos de acompanhamento clínico, mesmo em espessuras reduzidas, demonstrando um comportamento superior a infraestruturas de zircônia recobertas com cerâmicas feldspáticas (GUESS et al., 2010; SILVA et al., 2012).

Uma nova geração de vitrocerâmicas foi desenvolvida com composição microestrutural de silicato de lítio e reforço com óxido de zircônia, exclusivamente para sistemas CAD / CAM, podendo ser indicada para a fabricação de restaurações tipo *inlays*, *onlays*, facetas, coroas anteriores e posteriores e *abutments*. A adição 10 % de óxido de zircônia, em peso, teve por objetivo associar a superioridade das propriedades mecânicas das cerâmicas policristalinas com o excelente comportamento óptico das cerâmicas vítreas (ELSAKA; ELNAGHY, 2016). Assim, foi possível alcançar diferentes saturações e níveis de translucidez com adequada resistência mecânica, permitindo a confecção de restaurações anatômicas monolíticas (ELSAKA; ELNAGHY, 2016). Segundo o fabricante, a incorporação de zircônia possibilita o reforço da estrutura pela interrupção da propagação de trincas, embora, DE RAMOS et al. (2016) e MARQUES (2018), não tenham verificado a relação da presença das partículas de zircônia com a interrupção da propagação de trincas e melhora nas propriedades mecânicas do material.

O desenvolvimento dos sistemas CAD / CAM permitiram que procedimentos restauradores fossem realizados em sessão única (LAUVAHUTANON et al., 2014) ou em um número reduzido de sessões clínicas, diminuindo consideravelmente o tempo de tratamento e possibilitando que os profissionais trabalhem de forma mais independente (DAVIDOWITZ; KOTICK, 2011). Além disso, os blocos cerâmicos para CAD / CAM são produzidos em ambiente industrial, o que resulta em uma estrutura densamente condensada eliminando as variações inerentes aos processos do laboratório de prótese dental (BINDL; MÖRMANN, 2003). Adicionalmente, a associação dos sistemas CAD / CAM com blocos cerâmicos permitem a confecção de restaurações monolíticas de forma rápida e sem necessidade de recobrimento cerâmico, o que elimina as interfaces adesivas da estrutura da cerâmica e melhora a performance clínica devido a maior integridade estrutural (LI; CHOW; MATINLINNA, 2014).

A performance clínica dos laminados cerâmicos é dependente da cimentação adesiva e da formação de um conjunto cerâmica/cimento/dente capaz de se comportar biomecanicamente como um corpo único (SOARES et al., 2006; SOARES et al., 2008). A adesão micromecânica é obtida pelas alterações na superfície da cerâmica proporcionadas pelo condicionamento seletivo com ácido hidrofluorídrico e posterior aplicação do silano (CALAMITA, 1985; CHEN; MATSUMURA;

ATSUTA, 1998; JARDEL et al., 1999; OZCAN; VALLITTU, 2003; ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2008; MATINLINNA et al., 2014; PROCHNOW et al., 2015).

Essas alterações superficiais permitem que o agente de cimentação penetre nas irregularidades superficiais da cerâmica, formando uma camada híbrida entre a cerâmica e o agente de cimentação, a qual é responsável pela retenção adesiva e sobrevivência à longo prazo do conjunto cerâmica/agente de cimentação/dente (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007). Além disso, estudos têm demonstrado a capacidade dos agentes de cimentação à base de resina em proporcionar um mecanismo de reforço adicional às cerâmicas, pelo selamento e interrupção da propagação de micro-trincas (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007), associada a tendência de absorver e dissipar as tensões através das estruturas dentais remanescentes (SPAZZIN et al., 2017). Alguns estudos demonstram que a magnitude desse reforço é influenciada de forma significativa pelas diferentes formulações e características físico-químicas dos agentes de cimentação, como o módulo de elasticidade, modo de cura e contração de polimerização (FLEMING et al., 2017; SPAZZIN et al., 2017; BACCHI et al., 2018), entretanto, as diferentes composições atuam na viscosidade dos agentes de cimentação e parece fundamental avaliar a influência dessa viscosidade na resistência de união e comportamento mecânico das cerâmicas após a cimentação, uma vez que, a formação da camada híbrida depende da capacidade de escoamento do agente de cimentação para dentro das irregularidades da superfície da cerâmica.

Comercialmente, estão disponíveis uma grande variedade de agentes de cimentação com distintas formulações. As propriedades mecânicas dos agentes de cimentação são determinadas pela quantidade, formato e tamanho das partículas inorgânicas presente nas diferentes matrizes resinosas, interferindo na manipulação e adesão aos substratos, devido às características do polímero formado (BREAM et al., 1989; BEUM et al., 2012). Geralmente, laminados cerâmicos são cimentados com agentes de cimentação fotopolimerizáveis, devido ao adequado tempo de trabalho, estabilidade de cor e a possibilidade de testes cromáticos com pastas *try-in* (SAMPAIO et al., 2016).

Recentemente, autores tem sugerido a utilização de resinas composta aquecidas como agentes de cimentação (RICKMAN; PADIPATVUTHIKUL; CHEE, 2011; DARONCH et al., 2015). A indicação está baseada nas propriedades mecânicas superiores das resinas compostas, quando comparadas aos cimentos resinosos convencionais (KIM; ONG; OKUMO, 2002), podendo ser esperado que a resina composta proporcione maior resistência à cerâmica e melhor integridade das interfaces adesivas, devido à resistência ao desgaste e menor degradação hidrolítica da matriz polimérica, reduzindo o manchamento das interfaces adesivas (SMITH, VANDERWALL, WHISLER, 2011). Ainda, as resinas compostas apresentam uma ampla variedade de cores e sempre

estão presentes nos consultórios odontológico, além de representar um custo menor ao profissional, quando comparada aos sistemas de cimentação.

Entretanto, o maior conteúdo de partículas de carga tem efeito na viscosidade da resina, o que afeta a habilidade em gerar um íntimo contato entre a resina composta e as estruturas dentais (BEUM et al., 2009). Nesse contexto, o objetivo do aquecimento da resina é diminuir sua viscosidade afim de facilitar sua manipulação mantendo suas propriedades mecânicas (DARONCH et al., 2015). Além disso, o aquecimento melhora a adaptação às paredes cavitárias, diminuindo o risco de espaços vazios nas margens ou dentro do material, além de aumentar o grau de conversão polimérico (LUCEY et al., 2010), melhorando as propriedades físicas e mecânicas da restauração final (LOVELL et al., 2001). ALMEIDA et al. (2015), demonstraram que laminados cerâmicos cimentados ao esmalte com resina aquecida apresentaram estabilidade de cor após termociclagem. D'ARCANGELO et al. (2012) acompanharam clinicamente durante 7 anos laminados cerâmicos feldspáticos cimentados com resina composta microhíbrida aquecida e relataram sucesso clínico de 97,5%. Entretanto, poucos são os dados na literatura a respeito do aquecimento das resinas compostas e não há evidências que fornecem informações que a redução da viscosidade, proporcionada pelo aquecimento, possa influenciar na resistência de união de laminados vitrocerâmicas cimentados com a referida técnica.

Embora os laminados vitrocerâmicos sejam amplamente utilizados pelos profissionais não há evidências que a viscosidade dos agentes de cimentação à base de resina influenciem na resistência adesiva e capacidade de reforço dessas cerâmicas. Além disso, novas composições de vitrocerâmicas acrescidas com óxido de zircônia foram disponibilizada aos profissionais, havendo poucas informações relacionadas a esse novo material. Nesse sentido, a ausência dessas informações podem implicar erros de indicação e o uso de protocolo de cimentação incorreto, além de aumentar o custo e tempo de trabalho, principalmente quando a cimentação é realizada com resina composta aquecida, pois equipamentos adicionais são necessários e a técnica de cimentação é muito sensível. Diante do exposto, é fundamental fornecer informações relacionadas a influencia de diferentes viscosidades de agentes de cimentação à base de resina na resistência adesiva e capacidade reforço nas vitrocerâmicas.

2. PROPOSIÇÃO

2.1 *Objetivo geral*

Avaliar a influência da viscosidade de três agentes de cimentação à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida) na resistência de união e reforço de duas vitrocerâmicas utilizadas em sistemas CAD / CAM (DL - dissilicato de lítio e SLZ - silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia)

2.2 *Objetivos específicos*

- Avaliar a viscosidade dos agentes de cimentação à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida) por meio de reômetro e correlacionar a viscosidade com a resistência de união e resistência à flexão biaxial.
- Avaliar a resistência de união entre as vitrocerâmicas (dissilicato de lítio ou silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia) e o agente de cimentação à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida) por meio de ensaio mecânico de microcisalhamento e determinar o padrão de falha da interface vitrocerâmica-agente de cimentação, por meio de estereomicroscópio. Avaliar a confiabilidade e probabilidade de falha por meio da análise de Weibull dos resultados de resistência de união.
- Avaliar a resistência à flexão biaxial das vitrocerâmicas (dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia) após recobrimento com diferentes agentes de cimentação à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida) e realizar a fractografia dos espécimes submetidos à flexão biaxial, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Avaliar a confiabilidade e probabilidade de falha através da por meio da análise Weibull dos resultados de resistência à flexão biaxial.
- Avaliar a distribuições de tensões entre às vitrocerâmica (dissilicato de lítio ou silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia) e o agente de cimentação à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida) durante a simulação do teste de flexão biaxial, utilizando o método de elementos finitos (MEF).
- Caracterizar a morfologia dos agentes de cimentação à base de resina e da interface vitrocerâmica-agente de cimentação dos diferentes grupos, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3. MATERIAL E MÉTODOS

A descrição dos materiais utilizados nesse estudo, nome comercial, composição, fabricante e lote estão apresentados na tabela I.

3.1 Delineamento do estudo

O presente trabalho teve como variáveis independente duas vitrocerâmicas para sistemas CAD / CAM (dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia) e três agentes de cimentação fotopolimerizáveis à base de resina (cimento resinoso, pasta base de cimento resinoso e resina composta aquecida). A viscosidade dos agentes de cimentação foi determinada previamente à realização dos ensaios mecânicos com auxílio de reômetro. As variáveis de resposta foram à resistência de união e à resistência à flexão biaxial. Após a resistência de união o padrão de falha foi avaliado, em estereomicroscópio, e classificado em: falha adesiva, coesiva ou mista. Os discos fraturados após a resistência à flexão biaxial foram avaliados em microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise fractográfica. A resistência à flexão biaxial foi simulada em elementos finitos (MEF) para avaliar a distribuição de tensões no conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação. Espécimes adicionais dos grupos experimentais (n = 3) foram confeccionados para avaliação, em MEV, da morfologia dos agentes de cimentação e da interface adesiva (Figura 1).

Figura 1. Diagrama esquemático do delineamento experimental



Fonte. Autor

Tabela I. Descrição dos materiais utilizados nesse estudo, nome comercial, composição, fabricante e lote

Materiais	Composição	Fabricante	Lote
IPS e.max CAD (Cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio)	SiO ₂ : 57 - 80% Li ₂ O: 11 - 19% K ₂ O: 0 - 13% MgO: 0 - 5% Al ₂ O ₃ : 0 - 5% P ₂ O ₅ : 0 - 11% Outros óxidos: 0 - 8%	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha	O39986
Vita Suprinity (Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia)	ZrO ₂ : 8 - 12% SiO ₂ : 56 - 64% Li ₂ O: 15 - 21% La ₂ O ₃ : 0,1% Pigmentos: < 10% Outros óxidos: > 10%	VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co.KG, Bad Säckingen, Alemanha	260924K
Variolink Esthetic LC (Cimento resinoso fotopolimerizável)	38% volume em partículas inorgânicas com tamanho médio de 0,1 µm	Ivoclar Vivadent	H34008
Variolink N Base (Cimento resinoso fotopolimerizável)	46% volume em partículas inorgânicas com tamanho médio de 0,01 a 3 µm	Ivoclar Vivadent	W10010
IPS Empress Direct A1 Enamel (Resina composta nanohíbrida)	79% volume em partículas inorgânicas com tamanho médio de 40 nm a 3 µm	Ivoclar Vivadent	V32329
Monobond Plus (Silano)	Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato de ácido fosfórico e metacrilato de sulfeto	Ivoclar Vivadent	L67221
Condicionador de Porcelana	Ácido fluorídrico 10%, espessante e corante	Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA	332938J

3.2 Determinação da viscosidade dos agentes de cimentação à base de resina

A viscoelasticidade dos agentes de cimentação à base de resina foi determinada com o auxílio de um reômetro (AR2000 TA Instruments, New Castle, DE, EUA) (Figura 2). A geometria utilizada para o teste foi a cone-placa. Na parte superior do reômetro, no braço móvel, foi fixado à plataforma cilíndrica concêntrica, com conicidade de 2° e 20 mm de diâmetro, e na parte inferior fixa, uma plataforma paralela de alumínio com 60 mm de diâmetro. A programação foi realizada

pelo software TRIOS (TA Instruments, New Castle, DE, EUA). Inicialmente foi calibrada a distância entre o braço móvel e o fixo, para determinar o *gap* (0,047 mm) entre as plataformas, em seguida, depositado aproximadamente 1g do agente de cimentação analisado, no centro da plataforma fixa. O braço móvel foi posicionado até a plataforma concêntrica tocar o material testado e deslocá-lo sob toda a sua superfície. Os excessos que extrapolaram o diâmetro da plataforma foram removidos com um haste flexível descartável (Cotonete, Johnson & Johnson do Brasil, SP, Brasil). O comportamento reológico foi avaliado com intervalo de temperatura dinâmico, com ciclo iniciando em 25 °C e elevado até 70 °C com taxa de aquecimento de 0,5 °C a cada 10 s. Assim, foram obtidos dados da viscosidade em função da temperatura, representativa ao protocolo de aquecimento da resina composta. A tensão de cisalhamento (1/s) e frequência (1 Hz) foram mantidas constantes. A mensuração foi realizada três vezes para cada material (n = 3).

Figura 2. Reômetro



Fonte. Autor

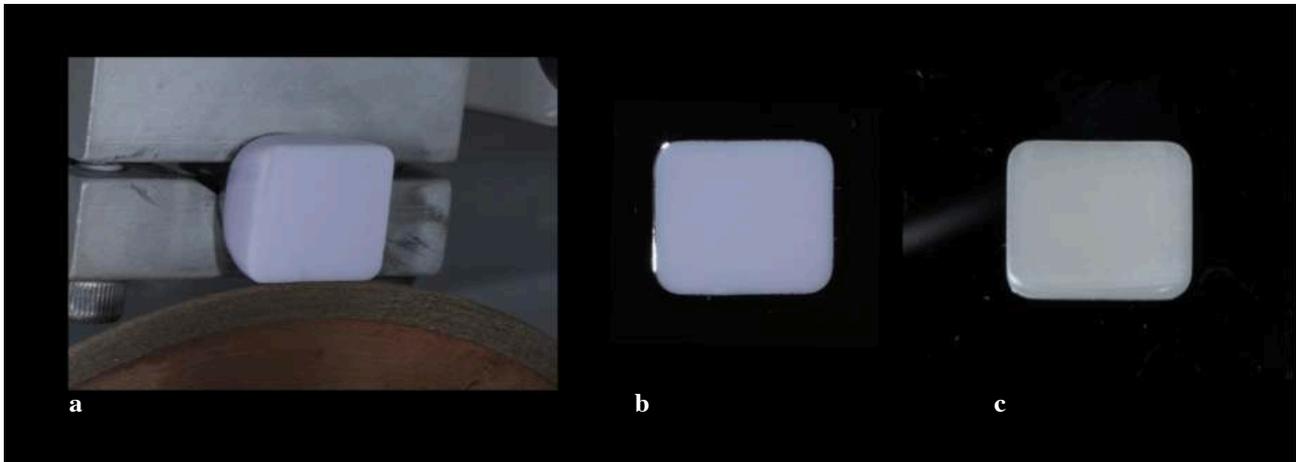
3.3 Determinação da resistência de união

3.3.1 Obtenção das barras vitrocerâmicas

Blocos vitrocerâmicos (Tabela I) pré-cristalizados de tamanho C14 (12 × 18 × 14 mm) e cor HT A2, foram posicionados em uma cortadora metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) calibrada com 250 rpm e peso de 300 g, sendo seccionados perpendicularmente ao seu longo eixo, com disco diamantado dupla face (15LC, Buehler, Lake Bluff, EUA), sob irrigação, produzindo barras de tamanho de 12 × 2 × 14 mm. Cada bloco gerou 8 barras e sua dimensão foi aferida com paquímetro digital de precisão de 0,01 µm (Mitutoyo Corporation, Tóquio, Japão). As barras que apresentaram irregularidades superficiais ou nas bordas, foram regularizadas com lixas de carbetto de silício (SiC Grinding, Buehler, Dresden, Alemanha) de granulação 320, montadas em politriz (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA). Em seguida, as barras

foram cristalizadas (Programat 3010, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) de acordo com as instruções dos fabricantes (Figura 3) (Tabela II).

Figura 3. (a) bloco vitrocerâmico pré-cristalizado representativo ao DL posicionado para a secção em cortadora metalográfica (b) barra seccionada pré-cristalizada (c) barra cristalizada



Fonte. Autor

Tabela II. Parâmetros de cristalização dos espécimes vitrocerâmicos

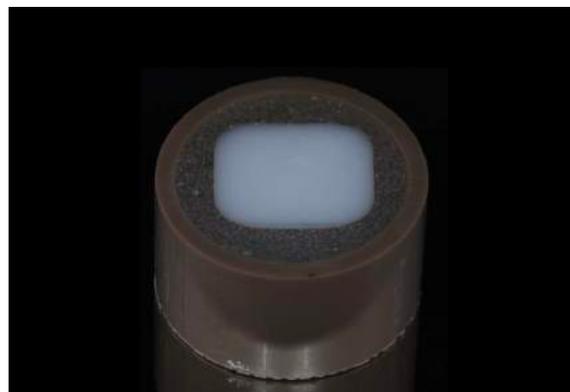
Parâmetros	Vitrocerâmica	
	DL	SLZ
Temperatura Inicial (°C)	403	400
Tempo de subida	6:00	8:00
Taxa elevação temperatura (°C)	90	55
Temperatura final (°C)	840	840
Início do vácuo	403	410
Final Vácuo	820	840
Tempo de manutenção	7:00	8:00
Tempo de descida	2	2

3.3.2 Inclusão das barras vitrocerâmicas

Em uma bancada foi posicionada uma placa de vidro lisa com dimensões de 15 × 7 × 10 mm (JON Comércio de Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil). Sobre a placa de vidro, no sentido longitudinal, foi aderida uma fita dupla face (3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA) de 25 × 10 mm. Sobre a fita, foi aderida a barra vitrocerâmica, mantendo seu comprimento paralelo ao longo eixo da fita e centralizado. Após, um cilindro de PVC (Tigre S.A., Joinville, SC, Brasil), de 25 × 20

mm, foi posicionado e centralizado sobre a barra e preenchido com resina acrílica incolor autopolimerizável (Clássico Produtos Odontológicos, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil). Após o tempo de polimerização, as barras incluídas foram identificadas, de acordo com a vitrocerâmica, e armazenadas por 24 h em temperatura ambiente. Um total de 8 barras foram incluídas por grupo. A superfície exposta da barra foi polida manualmente com lixas de carbeto de silício (SiC Grinding, Buehler, Dresden, Alemanha) em sequência decrescente de granulação (#320, 400, 600 e 1200) sob irrigação constante. Após o término do polimento as barras apresentaram superfície lisa e paralela ao cilindro de PVC e foram divididas em grupos experimentais para o ensaio de resistência de união (Figura 4) (Tabela III).

Figura 4. Barra vitrocerâmica incluída representativa do DL



Fonte. Autor

Tabela III. Divisão dos grupos experimentais para a resistência de união

Grupos	Descrição dos grupos experimentais
DL-BV	Dissilicato de lítio associado a agente de cimentação de baixa viscosidade
DL-MV	Dissilicato de lítio associado a agente de cimentação de média viscosidade
DL-AV	Dissilicato de lítio associado a agente de cimentação de alta viscosidade
SLZ-BV	Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia associado a agente de cimentação de baixa viscosidade
SLZ-MV	Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia associado a agente de cimentação de média viscosidade
SLZ-AV	Silicato de Lítio reforçado com óxido de zircônia associado a agente de cimentação de alta viscosidade

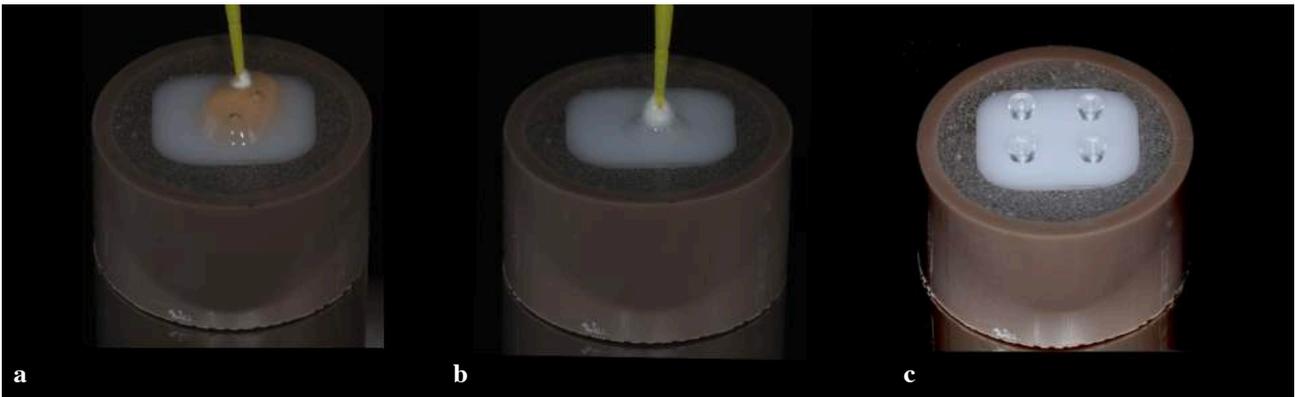
3.3.3 Procedimentos adesivos e confecção dos cilindros dos agentes de cimentação

As superfícies das vitrocerâmicas (DL e SLZ) foram tratadas de acordo com as instruções dos fabricantes. As superfícies de DL e SLZ foram condicionadas com ácido hidrófluorídrico à 10% (Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA) por 20 s, lavadas com *spray* ar / água durante 60 s e secas por 30 s, com jatos de ar livre de óleo. Em seguida, uma camada de silano (Monobond Plus, Ivoclar Vivodent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) foi aplicada com o auxílio de microbrush (Cavibrush, FGM, Joinville, SC, Brasil) e após 60 s, secos com jatos de ar por 30 s. Sobre a superfície da vitrocerâmica, foram posicionadas matrizes cilíndricas de silicone (Tygon, Odeme Dental Research, Joaçaba, SC, Brasil) com dimensões de 0,8 × 1 mm, as quais foram utilizadas para conformar os agentes de cimentação à base de resina (SHIMADA; YAMAGUCHI; TAGAMI, 2002) (Figura 5).

Para a confecção dos cilindros dos agentes de cimentação de baixa e média viscosidade (BV e MV), as matrizes de silicone foram totalmente, para isso, foram utilizadas as pontas aplicadoras que acompanham os respectivos agentes de cimentação, em seguida, os cilindros foram fotopolimerizados por 60 s (Radii-cal-SDI, Victoria, AU; irradiância: 1200 mW/cm²) (Figura 6).

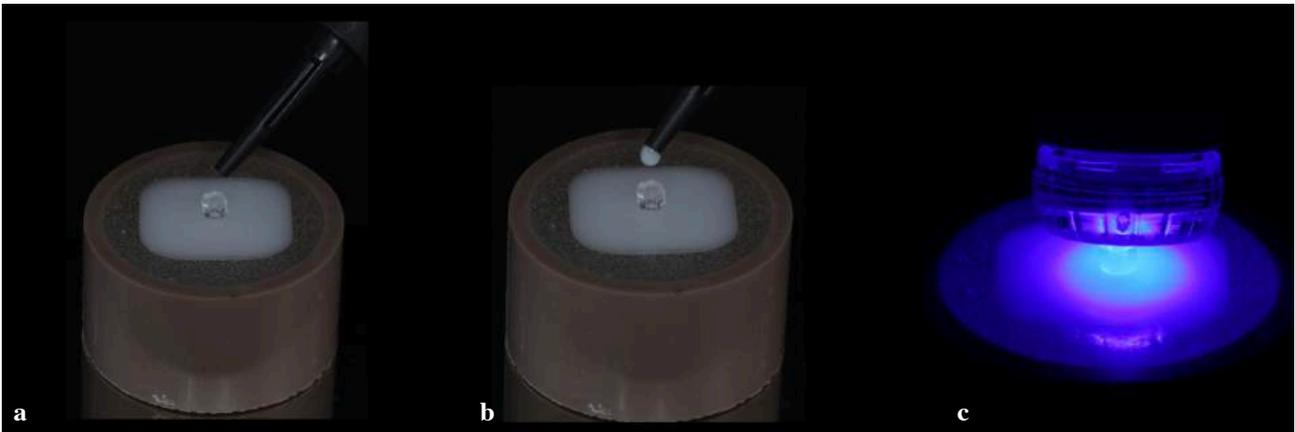
Antes da confecção dos cilindros de resina composta, para o grupo AV, a resina composta foi pré-aquecida à 68 °C, com o auxílio de um dispositivo específico para a função (Calset, AdDent Inc, Danbury, CT, EUA) (Figura 7). Para isso, com o auxílio de uma espátula fina (IPCL, Cosmedent, Chicago, IL, EUA) uma porção de resina composta foi removida da bisnaga e modelada em formato esférico de aproximadamente 5 mm de diâmetro. Em seguida, a esfera de resina foi posicionada na ponta de uma espátula com formato arredondado (M1, Cosmedent, Chicago, IL, EUA) e o conjunto (espátula/resina) foi acomodado no centro do dispositivo de aquecimento permanecendo tampado durante 3 minutos. Após este período, o conjunto (espátula/resina) foi retirado do dispositivo e utilizado para inserir e condensar a resina no interior da matriz de silicone, após, a resina foi fotopolimerizada por 60 s. A matriz de silicone foi removida com o auxílio de uma pinça clínica (Golgran Indústria e Comércio de Instrumentos Odontológicos LTDA, São Caetano do Sul, SP, Brasil) obtendo os cilindros dos agentes à base de resina sobre a superfície vitrocerâmica. Foram confeccionados 4 cilindros (Figura 8) em cada superfície da vitrocerâmica, totalizando 30 cilindros por grupo dos agentes de cimentação. Os grupos foram identificados e armazenados, durante 1 semana, em meio úmido e temperatura ambiente.

Figura 5. Procedimentos adesivo (a) condicionamento da superfície da vitrocerâmica, representativa do DL, durante 20 s (b) aplicação de uma camada de silano (c) matriz silicone posicionada sobre da vitrocerâmica silanizada



Fonte: Autor

Figura 6. Confeção dos cilindros dos agentes de cimentação (a) posicionamento da matriz de silicone sobre a superfície da vitrocerâmica silanizada (b) inserção do agente de cimentação à base de resina (BV) (c) fotopolimerização



Fonte: Autor

Figura 7. Dispositivo de aquecimento



Fonte: Autor

Figura 8. Cilindros conformados com agentes de cimentação



Fonte: Autor

3.3.4 Ensaio mecânico de microcisalhamento

Para o ensaio mecânico de microcisalhamento foi utilizado um dispositivo (Odeme Dental Research, Joaçaba, SC, Brasil) composto por 4 partes. Na base inferior da máquina de ensaio universal (EMIC DI-200, São José do Pinhais, PR, Brasil) foi aparafusado o suporte do dispositivo e encaixado os componentes que permitem a apreensão e movimentação horizontal e ântero-posterior do corpo de prova. As placas incluídas foram posicionadas de forma que os cilindros dos agentes de cimentação permanecessem com seu longo eixo paralelo ao plano horizontal. A força de microcisalhamento foi aplicada por meio de uma alça metálica de diâmetro 0,12 mm (Morelli Produtos para Ortodontia, Sorocaba, SP, Brasil) fixada à célula de carga de 50 KN. A alça foi posicionada ao redor dos cilindros dos agentes de cimentação, gerando uma força paralela à interface adesiva. O ensaio foi comandado com velocidade constante de 0,5 mm/min (Figura 9).

Figura 9. Posicionamento da alça metálica ao redor do cilindro do agente de cimentação para o ensaio de microcisalhamento



Fonte. Autor

A força máxima foi registrada em newtons (N), e após, calculada a resistência de união (MPa), através da divisão da força (N) pela área ($\pi \cdot r^2$), onde r é o raio do cilindro do agente de cimentação ($r = 0,4$ mm).

3.3.5 Análise do modo de falha

A superfície das vitrocerâmicas foram analisadas visualmente em estereomicroscópio (Leica DFC295 acoplado a Leica S8 APO; Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) com aumento de 30 x, e classificado, em:

- Ade: Adesiva (fratura na interface adesiva);
- Coe: Coesiva (fratura envolvendo apenas um substrato);
- Mis: Mista (fratura envolvendo a interface adesiva juntamente com um dos substratos).

3.4 Determinação da resistência à flexão biaxial

3.4.1 Obtenção dos discos vitrocerâmicos

Os blocos vitrocerâmicos (Tabela I) tiveram suas faces axiais desgastadas com o auxílio de uma máquina retífica (Ferdimat CA51H, São José dos Campos, SP, Brasil) montada com pedra diamantada (Tyrolit TN 634709, Cabreúva, SP, Brasil) sob refrigeração com água, dando origem a cilindros de 12 mm de diâmetro. Os cilindros gerados foram posicionados em cortadora metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) e seccionados com 0,5 mm de espessura (Figura 10). As superfícies foram lixadas manualmente (SiC Grinding, Buehler, Dresden, Alemanha) na sequência de granulação 320, 400, 600 e 1200 durante 60 s de cada lado, sob irrigação, para produzir discos planos, sem irregularidades e com espessura de $0,4 \pm 0,1$ mm. As dimensões finais foram aferidas com paquímetro digital de precisão de $0,01 \mu\text{m}$ (Mitutoyo Corporation, Tóquio, Japão). Após, os discos foram cristalizados (Tabela II) e divididos, aleatoriamente, em 8 grupos ($n = 30$) (Tabela IV).

Figura 10. Obtenção dos discos vitrocerâmicos (a) cilindros das vitrocerâmicas pré-cristalizadas (b) secção em cortadora metalográfica do cilindro representativo do SLZ (c) disco cristalizado



Fonte. Autor

Tabela IV. Divisão dos grupos experimentais para a resistência à flexão biaxial

Grupos	Descrição
DL	Controle negativo
DL-BV	Dissilicato de lítio associado a agente de cimentação de baixa viscosidade
DL-MV	Dissilicato de lítio associado a agente de cimentação de média viscosidade
DL-AV	Dissilicato de lítio associado a agente de cimentação de alta viscosidade
SLZ	Controle negativo
SLZ-BV	Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia associado a agente de cimentação de baixa viscosidade
SLZ-MV	Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia associado a agente de cimentação de média viscosidade
SLZ-AV	Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia associado a agente de cimentação de alta viscosidade

3.4.2 Procedimentos adesivos

Uma das superfícies dos discos (DL e SLZ) foi condicionada com ácido hidrófluorídrico à 10% (Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA). Para isso, o gel foi depositado no centro do disco e levemente espalhada com um microbrush (Cavibrush, FGM, Joinville, SC, Brasil) por toda a superfície (Figura 11a). Após 20 s, a superfície condicionada foi lavada com *spray* de ar / água durante 60 s e secas por 30 s com jatos de ar comprimido livre de óleo. Os grupos condicionados de DL e SLZ (monocamadas) foram utilizados como controle negativo.

Para os grupos bicamadas, na superfície condicionada foi aplicada uma camada de silano (Monobond Plus) e após 60 s, a superfície foi seca com jatos de ar comprimido durante 30 s (Figura 11b). Para os grupos BV e MV, foram montadas as pontas aplicadoras que acompanham os produtos e o agente de cimentação (BV ou MV) foi depositado no centro da superfície condicionada do disco (DL ou SLZ) (Figura 11c). Em seguida, o agente de cimentação foi recoberto com uma tira de poliéster e uma leve pressão digital foi exercida sobre a tira para espalhar o agente de cimentação sobre a superfície do disco (Figura 12). O disco foi posicionado sobre uma matriz cilíndrica (Figura 13a), de módulo de elasticidade similar à dentina (NEMA G10, Paper Hampton, SC, EUA) (ALESSANDRETTI, et al., 2017), com a tira de poliéster voltada para baixo (Figura 13b). Sobre a superfície livre do disco foi posicionado uma matriz circular (5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) confeccionada com silicone de adição de consistência leve (Express XT, 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA) afim de proteger o conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação durante a aplicação da carga (Figura 13c). O disco foi centralmente orientado sobre a base de um simulador de carga (Odeme Dental Research, Joaçaba, SC, Brasil) (Figura 14a) e carregado com 5 N durante 60 s (ADDISON, SODHI, FLEMING, 2010) através uma esfera de 10 mm de diâmetro (Figura 14b

e c). Os excessos do agente de cimentação foram removidos com um microbrush e após, fotopolimerizados, através da vitrocerâmica, durante 60 s (Figura 15).

Para o grupo AV, um incremento de resina composta foi depositado centralmente sobre uma tira de poliéster. Esse conjunto (tira/resina) foi acomodado sobre a bandeja do dispositivo de aquecimento (Calset, AdDent Inc, Danbury, CT, EUA), com temperatura prévia de 68 °C, onde permaneceu tampado, por 3 min. Após 3 min, foi retirada a tampa do dispositivo de aquecimento e a superfície tratada do disco foi assentada sobre a resina composta aquecida com leve pressão digital, afim de espalhar a resina composta na superfície do disco. Em seguida, o conjunto foi removido do dispositivo de aquecimento e os mesmos procedimentos de carregamento e fotopolimerização foram realizados, como descritos para os outros agentes de cimentação.

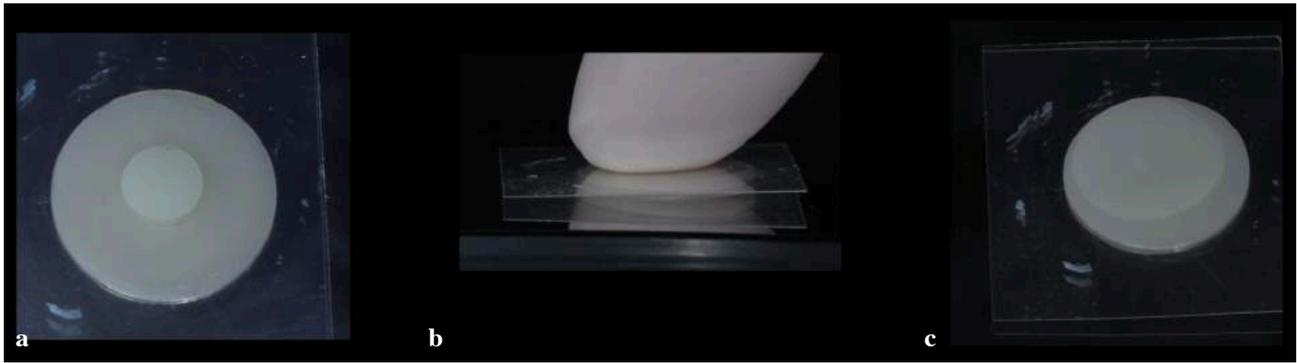
Os discos cimentados (bicamadas) foram mensurados, com paquímetro digital, e a espessura da linha de cimento incluída no estudo, variou entre, $70 \pm 30 \mu\text{m}$. Valores das amostras fora dessa faixa foram descartados e substituídos. As amostras foram identificadas e armazenadas em ambiente úmido (água destilada), durante 1 semana, em temperatura ambiente.

Figura 11. Imagem representativa do disco DL (a) condicionamento com ácido hidrofúorídrico por 20 s (b) aplicação de silano sobre a superfície condicionada do disco (c) agente de cimentação depositado no centro do disco condicionado e silanizado



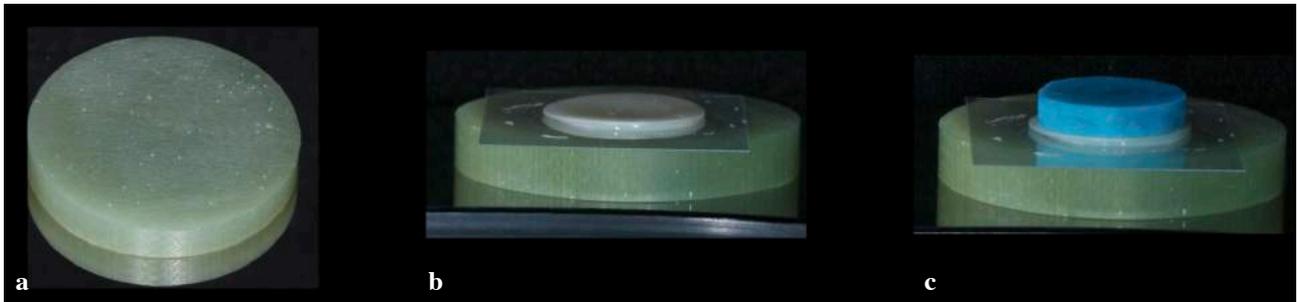
Fonte. Autor

Figura 12. (a) Imagem demonstrando o recobrimento do agente de cimentação com a tira de poliéster (b) aplicação de leve pressão digital para promover (c) escoamento sobre a superfície condicionada e silanizada do disco



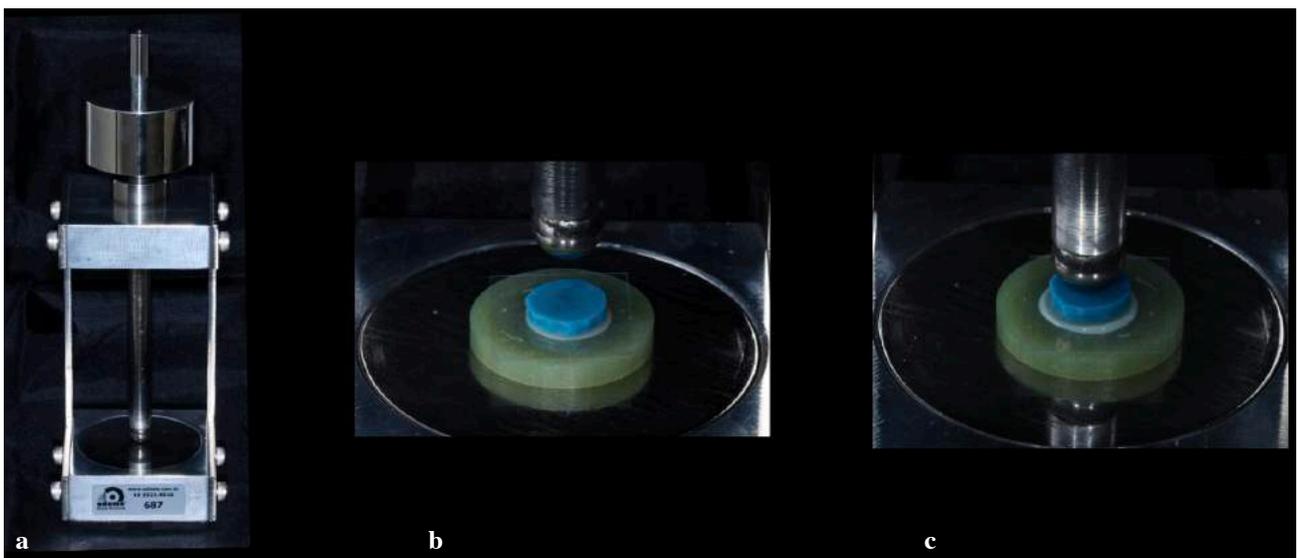
Fonte. Autor

Figura 13. (a) Imagem representativa da matriz cilíndrica confeccionada com material similar à dentina (b) posicionamento do conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação sobre a matriz cilíndrica com a tira de poliéster voltada para baixo (c) acomodação da matriz circular sobre o disco



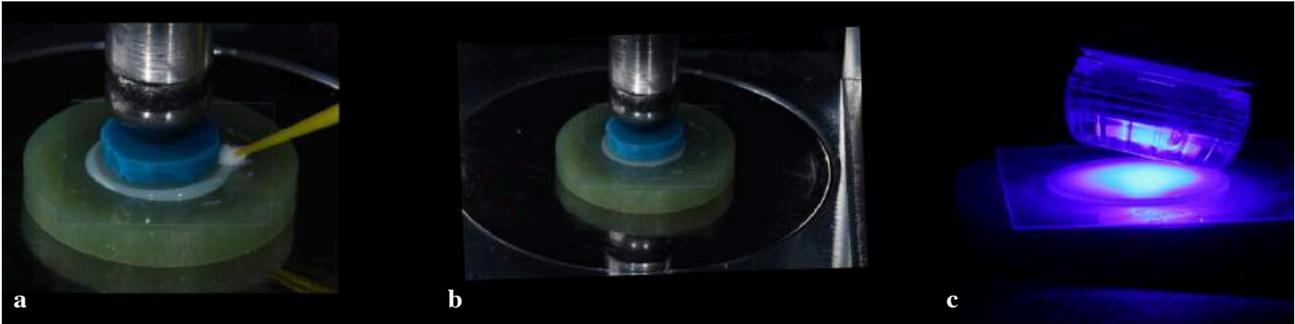
Fonte. Autor

Figura 14. (a) Imagem dos dispositivo de carga (b) conjunto (base cilíndrica + tira de poliéster + agente de cimentação + disco + matriz circular) orientado centralmente sobre à base do dispositivo de carga (c) aplicação da carga através da esfera cilíndrica



Fonte. Autor

Figura 15. (a) Imagem do processo da remoção dos excessos do agente de cimentação (b) completa remoção do excessos (c) e fotopolimerização durante 60 segundos

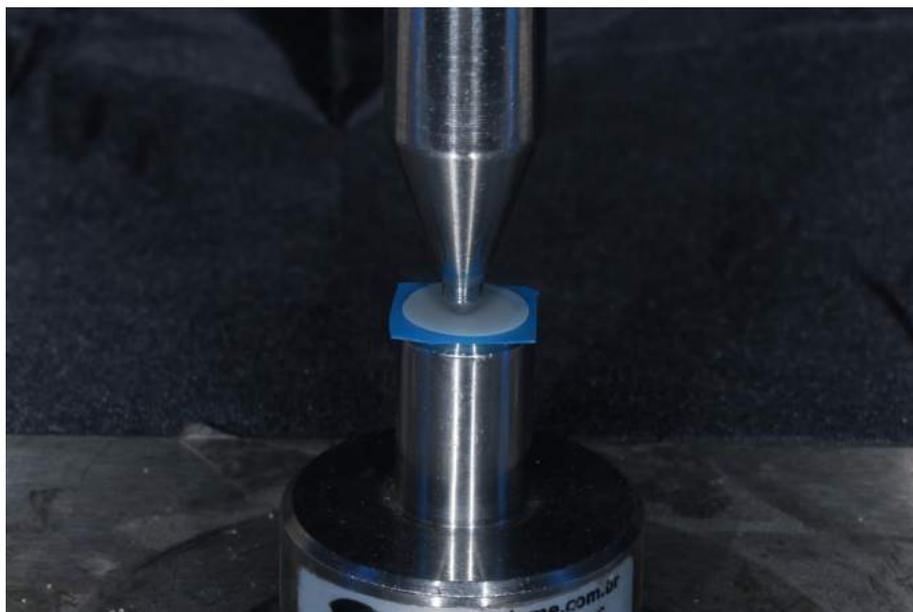


Fonte. Autor

3.4.3 Ensaio mecânico de resistência à flexão biaxial

Os discos foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (σ_{bf}) utilizando máquina de ensaio universal (EMIC DI-200, São José do Pinhais, PR, Brasil), com velocidade constante de 1 mm/min, utilizando dispositivo pistão-anel (*ball-on-ring*), composto por um suporte circular (10 mm) e um atuador de carga com ponta esférica (4 mm), de acordo com as normas da ISO 6872:08. Os discos foram secos e posicionados sobre o suporte circular, com a superfície condicionada ou recoberta pelo agente de cimentação, voltada para baixo. Uma tira de lençol de borracha (Madeitex, São José dos Campos, SP, Brasil) foi posicionada entre o suporte circular e o disco, para evitar concentrações de tensões em pontos com pequenas distorções (ADDISON, SODHI, FLEMING, 2010; SPAZZIN et al., 2017) (Figura 16).

Figura 16. Imagem do dispositivo pistão-anel utilizado para a aplicação da carga



Fonte. Autor

A resistência à flexão biaxial das vitrocerâmicas do controle negativo (monocamada), foi calculada, em MPa, de acordo com equação (2) (ROSENSTIEL et al., 1999; PAGNIANO et al., 2005):

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

onde;

P = carga de fratura (N);

ν = coeficiente de poisson;

a = raio da base de suporte (mm);

R = raio do disco (mm);

b = raio da área em contato com o centro da carga do disco (mm), definida pela equação 3 (HOOI, ADDISON, FLEMING, 2013):

$$b = \frac{t_1 + t_2}{3}$$

[3]

onde;

t_1 = espessura da vitrocerâmica (mm);

t_2 = espessura do agente de cimentação (bicamada, mm).

Para resistência à flexão biaxial dos discos cimentados (bicamadas) foi utilizada a solução analítica descrita por HSUEH, LANCE E FERBER (2005), utilizada em estudos prévios (ADDISON, SODHI, FLEMING, 2010; SPAZZIN et al., 2017). Para a resolução matemática são necessárias informações complementares, como o módulo de elasticidade (E) e o coeficiente de Poisson (ν), das vitrocerâmicas e dos agentes de cimentação à base de resina. Os respectivos valores estão descritos na tabela IV.

Tabela IV: Valores de referência para o E e ν das vitrocerâmicas e dos agentes de cimentação à base de resina

Material	E^* (GPa)	ν^*	Referências
DL	63,9	0,22	DE RAMOS et. al., (2016)
SLZ	65,6	0,23	DE RAMOS et. al., (2016)
BV	4,1	0,27	IVOCLAR VIVADENT (2016); DE JAGER; PALLAV; FEILZER (2004)
MV	8,3	0,27	IVOCLAR VIVADENT (2016); DE JAGER; PALLAV; FEILZER (2004)
AV	12,5	0,30	DE RAMOS et. al., (2017); AUSIELLO; APICELLA; DAVDSON (2002)

* E = módulo de elasticidade e ν = coeficiente de Poisson

Para determinar o plano neutro (tn) foi considerado o módulo de elasticidade das vitrocerâmicas (E_1^*) e dos agentes de cimentação à base de resina (E_2^*), além de suas espessuras (t_1 e t_2), de acordo com a equação 4;

$$tn = \frac{E_1^*(t_1)^2 - E_2^*(t_2)^2}{2(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)} \quad [4]$$

A resistência à flexão biaxial dos discos bicamadas foi calculada na posição central do disco (posição z), onde, a interface adesiva está localizada em $z = 0$ (equação 5) e na superfície do agente de cimentação ($z = -t_2$) (equação 6),

$$\sigma_{bf} = \frac{-3P(1+\nu)(z - tn)}{2\pi(t_1 + t_2)} \left[1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \frac{b^2}{R^2} \right] \times \left[\frac{E_1^*(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)(t_1 + t_2)^3}{(E_1^*t_1)^2 + (E_2^*t_2)^2 + 2E_1^*E_2^*t_1t_2(2t_1^2 + 2t_2^2 + 3t_1t_2)} \right] \quad [5]$$

$$\sigma_{bf} = \frac{-3P(1+\nu)(z - tn)}{2\pi(t_1 + t_2)} \left[1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \frac{b^2}{R^2} \right] \times \left[\frac{E_2^*(E_1^*t_1 + E_2^*t_2)(t_1 + t_2)^3}{(E_1^*t_1)^2 + (E_2^*t_2)^2 + 2E_1^*E_2^*t_1t_2(2t_1^2 + 2t_2^2 + 3t_1t_2)} \right] \quad [6]$$

onde,

$$\nu = \frac{\nu_1t_1 + \nu_2t_2}{t_1 + t_2} \quad [7]$$

onde,

ν_1 = coeficiente de poisson da vitrocerâmica;

ν_2 = coeficiente de poisson do agente de cimentação.

3.5 Análise estatística

Os dados da viscosidade passaram por teste de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade (Levene). Em seguida, foram submetidos a análise de uma variância e *post hoc* de Tukey ($\alpha = 0,05$).

Os dados obtidos na resistência de união e resistência à flexão biaxial ($z = 0$ e $z = -t_2$) também foram submetidos a teste de normalidade e homogeneidade. A análise de variância de dois fatores ($\alpha = 0,05$) e o intervalo de confiança (IC 95%) foram calculados tanto para a resistência de união como para a flexão biaxial ($z = 0$ e $z = -t_2$). Além disso, as médias da resistência de união e flexão biaxial dos discos cimentados foram submetidas à correlação de Pearson. A análise da distribuição de Weibull foi realizada para a resistência de união e para a flexão biaxial, de acordo com a equação 8:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad [8]$$

onde,

P_f = é a probabilidade de fratura;

σ_f = resistência à flexão;

σ_0 = resistência característica;

m = módulo de Weibull.

A probabilidade de fratura foi calculada pela equação 9:

$$P_f = \frac{(i - 0,5)}{N} \quad [9]$$

onde,

i = número da ordem de tensão de fratura (classificada em ordem decrescente);

N = número de corpos de prova ensaiados.

A resistência característica (σ_0) e o módulo de Weibull (m) foram calculados com o auxílio do software Minitab v.14 (Minitab Inc., State College, PA, Estados Unidos). A resistência característica, módulo de Weibull (m) e o intervalo de confiança (IC 95%) foram calculados pela estimativa por máxima verossimilhança e foram considerados estatisticamente diferente quando os valores no intervalo de confiança não se sobrepuseram.

3.6 Análise da morfologia dos agentes de cimentação à base de resina e da interface adesiva

Para avaliar a relação da interface adesiva produzida pela união entre as vitrocerâmicas e os agentes de cimentação foram confeccionados 3 espécimes adicionais para cada grupo. Dois discos foram cimentados entre si, de acordo com os grupos experimentais, formando um conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação (técnica de “sanduíche”) (NAVES et al., 2010). O conjunto foi seccionado em dois pontos perpendicular à interface adesiva, com cortadora metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler) e disco diamantado dupla face (15LC, Buehler), em baixa rotação e sob refrigeração com água. Adicionalmente, foi avaliada a microestrutura (distribuição, formato e tamanho das partículas de carga) dos agentes de cimentação. Para isso, foram confeccionados 3 espécimes em forma de barra, com o auxílio de uma matriz metálica de $10 \times 2 \times 2$ mm (Odeme Dental Research, Joaçaba, SC, Brasil) e posteriormente seccionada em dois pontos equidistantes ao longo do eixo.

Todas as amostras (sanduíche e barra) foram incluídas em resina acrílica, como descrito no item 3.3.2, e posteriormente polidas com lixas de carvão de silício com granulação decrescente de 600, 1200, 2000 e 2500 (SiC Grinding, Buehler, Dresden, Alemanha) e pasta diamantada de granulação 3,1 e 0,25 μm (Metadi II, Buehler, Dresden, Alemanha). As amostras foram imersas em álcool isopropílico e limpas ultrassonicamente (Cristófoli, São Paulo, SP, Brasil), por 5 min. Em seguida, removidas do ultrasson com pinça, e colocadas em estufa de secagem, por 2 h a 37 °C. Todas amostras foram recobertas com ouro (SCD 050 Sputter Coater, BAL-TEC, Furstentum, Liechtenstein) e fixadas com fita condutora sobre o carrossel do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (EVO 50, Zeiss, Cambridge, Reino Unido). Imagens representativas de cada amostra foram obtidas em aumento de 300 \times até 20000 \times .

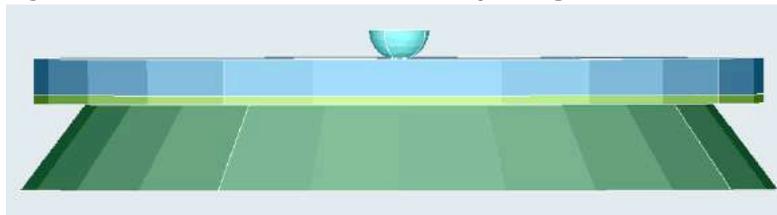
3.7 Análise fractográfica

Discos fraturados no teste de flexão biaxial foram aleatoriamente selecionados para análise fractográfica. Três discos de cada grupo experimental, foram imersos em solução composta por 50% de água destilada e 50% etanol e limpos em cuba ultrassônica durante 1 h. Em seguida, foram seguidos as mesmas etapas como descrito no item 3.6. As amostras foram observadas em 100, 200 e 450 \times para determinar a origem do defeito crítico.

3.8 Método dos elementos finitos (MEF)

Foi utilizado o método dos elementos finitos para simular os grupos experimentais submetidos ao teste de flexão biaxial. Para a execução do MEF são necessárias o desenvolvimento de três etapas: pré-processamento, processamento e pós-processamento. Na fase de pré-processamento foram criados modelos sólidos tridimensionais em software de modelagem (Rhinoceros 5.0 Educational; NURBS Modeling for Windows, McNeel and Associates, North America, Seattle, WA, EUA). Foram modelados os discos vitrocerâmicos respeitando as características das amostras (12 mm de diâmetro e 0,4 mm de espessura) e gerada uma linha de cimentação com espessura de 80 μm . Modelos do suporte circular (10 mm) e o atuador de carga esférico (4 mm) também foram gerados (Figura 12).

Figura 12. Modelo tridimensional das condições experimentais

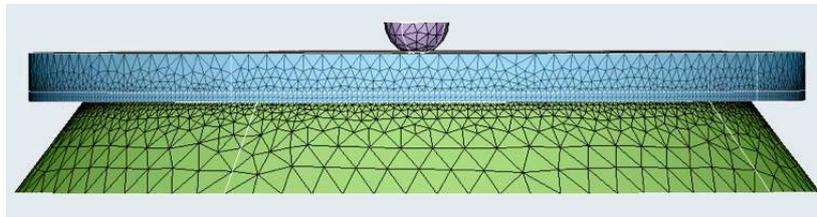


Fonte. Autor

Para a fase de processamento, os modelos tridimensionais foram exportados para o programa de elementos finitos (SimLab 2017.2.1 (64-bit), Altair/HyperWorks, Troy, MI, Estados Unidos). Assim, os modelos tridimensionais passaram por um processo de discretização, ou seja, criação de uma malha. Essa malha, denominada elemento finito, é composta por um número de nós e elementos tetraédricos (tipo Tri3) e controlada por meio de um processo de refinamento, o qual resultou em um número específico de nós de 892.477 e elementos 572.307 (Figura 13). Foram fornecidas ao programa de elementos finitos as informações das propriedades mecânicas dos

respectivos materiais testados, como coeficiente de poisson e módulo de elasticidade (Tabela IV). Para o modelo do suporte circular e atuador foram assumidas as propriedades mecânicas do aço ($E = 208 \text{ GPa}$ e $\nu = 0,3$). Todos os modelos foram considerados isotrópicos, homogêneos, linearmente elásticos e as interfaces configuradas com perfeita união, ou seja, não permitiu deslizamento ou a inclusão de fendas. Foram definidas as condições de restrição no modelo sendo fixada a ponta aplicadora nos eixos x e y , permitindo apenas o deslocamento no eixo z e a base do suporte metálico foi fixado nos três eixos do plano cartesiano ($x = y = z = 0$). Carga axial estática de 350N foi aplicada na superfície superior da ponta aplicadora. O comportamento mecânico, após a execução do programa no módulo de pós-processamento do SimLab 2017.2.1 (64-bit) (Altair/HyperWorks, Troy, Michigan, Estados Unidos), permitiu a análise qualitativa e quantitativa dos modelos, empregando a tensão máxima principal (MPa).

Figura 13. Malha de elementos finitos



Fonte. Autor

4. RESULTADOS

4.1 Viscosidade

A viscosidade dos agentes de cimentação à base de resina (BV, MV e AV) está apresentada na tabela V. Os dados da viscosidade foram submetidos a análise da normalidade ($p = 0,16$) e homogeneidade ($p = 0,02$). A análise de variância de um fator e *post hoc* de Tukey ($\alpha = 0,05$) verificou diferença estatisticamente significativa ($p < 0,001$) entre todos os agentes de cimentação à base de resina, demonstrando uma viscosidade distinta.

Tabela V. Média (desvio-padrão) da viscosidade dos diferentes agentes de cimentação na temperatura ambiente (25 °C) e após aquecimento da resina composta (68 °C)

Grupo	Temperatura (°C)	Viscosidade (Pa.s)
BV	25	10,6 (0,1) ^a
MV	25	99,3 (12,5) ^b
AV	68	314,9 (85,9) ^c

* Letras diferentes na mesma coluna apresentam diferenças significativas ($p < 0,05$).

* BV - Baixa viscosidade; MV - Média viscosidade; AV - Alta viscosidade

O agente AV apresentou a maior média de viscosidade seguido por MV e BV. Na temperatura ambiente (25 °C), BV apresentou viscosidade 30 × menor que AV, enquanto que MV demonstrou uma viscosidade 10 × menor que AV. A viscosidade de AV em temperatura ambiente teve média de $3294,4 \pm 172,7$ Pa.s. e após o aquecimento (68 °C) houve uma redução de aproximadamente 10 × na média da viscosidade (314,9 Pa.s).

4.2 Resistência de união

Os dados obtidos após teste de resistência de união foram submetidos a teste de normalidade ($p = 0,113$) e homogeneidade ($p = 0,106$) após transformação usando a raiz quadrada. Para a resistência de união a análise de variância de dois fatores demonstrou efeito significativo para ambos fatores “agente de cimentação” ($p < 0,001$) e “vitrocerâmica” ($p < 0,001$) embora não houve interação entre os fatores ($p = 0,156$). A média da resistência de união (MPa), resistência característica (σ_{0RU}) e a análise de Weibull (m) estão apresentados na tabela VI.

Tabela VI. Estimativas (IC 95%) para média de resistência de união (RU), média da resistência característica (σ_{0RU}) e módulo de Weibull (m) de todos os grupos experimentais

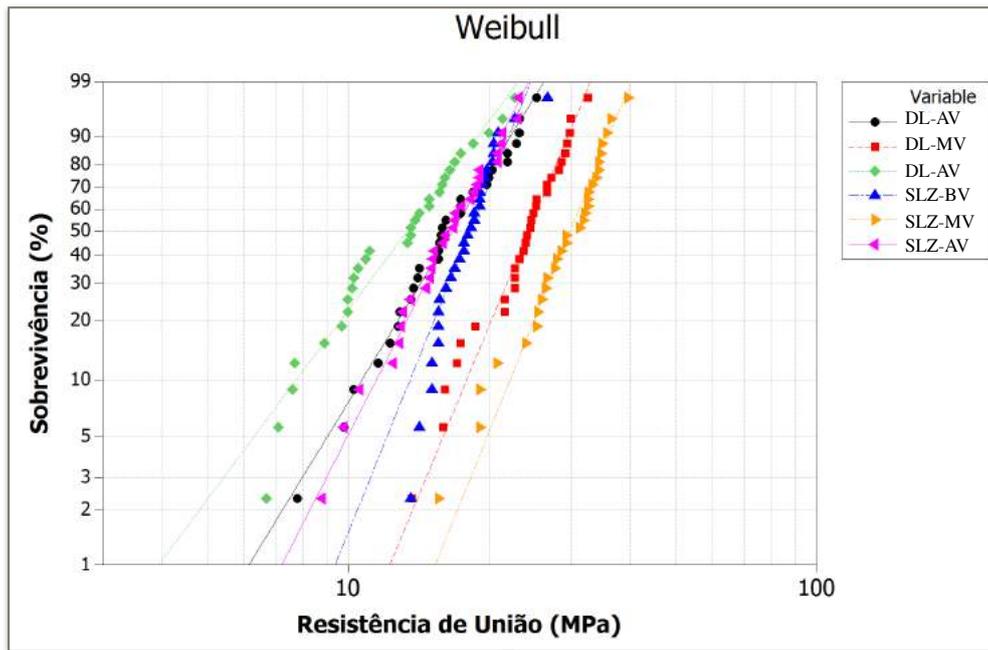
Grupo	RU (MPa)	σ_{0RU} (MPa)	m
DL-BV	16,6 (15,0 — 18,2) ^C	18,2 (16,8 — 19,9) ^C	4,2 (3,2 — 5,6) ^{AB}
DL-MV	23,9 (22,2 — 25,6) ^B	25,8 (24,3 — 27,4) ^B	6,2 (4,7 — 8,3) ^A
DL-AV	13,3 (11,8 — 14,9) ^D	14,9 (13,3 — 16,6) ^D	3,5 (2,6 — 4,6) ^B
SLZ-BV	18,1 (17,1 — 19,1) ^C	19,3 (18,2 — 20,5) ^C	6,4 (5,0 — 8,1) ^A
SLZ-MV	29,3 (27,3 — 31,3) ^A	31,6 (29,8 — 33,5) ^A	6,4 (4,8 — 8,5) ^A
SLZ-AV	16,5 (15,1 — 17,9) ^C	18,0 (16,7 — 19,4) ^C	5,1 (3,8 — 6,7) ^{AB}

* Diferentes letras na mesma coluna indicam que não houve sobreposição nos intervalos de confiança e consequentemente diferenças significativas entre os grupos

O grupo que apresentou a maior média de resistência de união foi o SLZ-MV, diferindo estatisticamente dos demais grupos ($p < 0,05$). Os valores médios de resistência de união de DL-MV apresentaram diferenças significativas ($p < 0,05$) em relação ao remanescentes dos grupos. Ao analisar o agente de cimentação podemos observar que MV apresentou maiores valores médios de resistência de união sendo estatisticamente superior a BV e AV, independentemente da vitrocerâmica (DL ou SLZ). O grupo DL-AV apresentou as menores médias de resistência de união sendo estatisticamente diferente dos demais grupos ($p < 0,05$). Para DL-BV, SLZ-BV e SLZ-AV as médias de resistência de união foram similares não diferindo estatisticamente entre si.

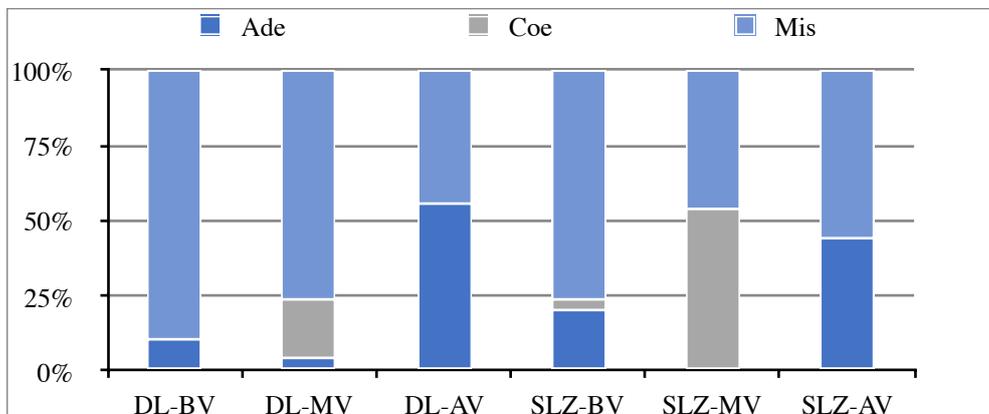
Os dados da análise de Weibull esta apresentados na figura 14. Os grupos que apresentaram maior confiabilidade e estatisticamente superior aos demais ($p < 0,05$) estão relacionados com os agentes de cimentação MV, independente da vitrocerâmica, além do SLZ-BV.

Figura 14. Gráfico da análise de Weibull apresentando a probabilidade de sobrevivência (%) × resistência de união (MPa)



A distribuição do padrão de falhas para todos os grupos está representado na figura 15. Para DL-BV e DL-MV houve predomínio de falhas mistas, 90% e 76%, respectivamente, enquanto para DL-AV foi observado uma divisão entre falhas adesivas (56%) e mistas (44%). Em relação à vitrocêramica SLZ, verificou-se predomínio de falhas mistas para SLZ-BV (76%) e uma divisão entre falhas coesivas (54%) e mistas (46%) para SLZ-MV. Para SLZ-AV, também houve uma divisão das falhas, porém, entre adesivas (44%) e mistas (56%).

Figura 15. Distribuição (%) do padrão de falhas para vitrocêramicas (DL e SLZ) e os agentes de cimentação (BV, MV e AV) após resistência de união



* Ade: Adesiva; Coe: Coesiva e Mis: Mista

4.3 Resistência à flexão biaxial

Os dados obtidos para a resistência à flexão biaxial na posição $z = 0$ foram transformados através da raiz quadrada e passaram por teste de normalidade ($p = 0,39$) e homogeneidade ($p = 0,009$). Após análise de variância de dois fatores verificou-se efeito significativo para o fator “agente de cimentação” ($p < 0,001$), mas não para a “vitrocerâmica” ($p = 0,159$). Também foram verificadas diferenças estatísticas para a interação entre os dois fatores ($p < 0,02$). Para a posição $z = -t_2$, os dados passaram por teste de normalidade ($p = 0,16$) e homogeneidade ($p < 0,001$). A análise de variância de dois fatores mostrou diferenças significativas para o fator “agente de cimentação” ($p < 0,001$), porém não foram observadas diferenças significativas para o fator “vitrocerâmica” ($p = 0,23$) e a interação entre eles ($p = 0,179$). As médias da resistência à flexão biaxial (MPa), resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) para as posições axiais $z = 0$ e $z = -t_2$ estão apresentadas na tabela VII.

Tabela VII. Estimativas (IC 95%) para média da resistência à flexão biaxial (σ_{bf}), resistência característica (σ_0) e análise de Weibull (m) para os grupos na posição $z=0$ e $z=-t/2$

Grupo	Posição axial $z=0$			Posição axial $z=-t/2$		
	σ_{bf} (MPa)	σ_0 (MPa)	m	σ_{bf} (MPa)	σ_0 (MPa)	m
DL	359,6 (325,7 — 393,5) ^E	395,8 (358,9 — 436,5) ^F	3,9 (3,0 — 5,0) ^A	-	-	-
DL-BV	580,9 (511,6 — 650,2) ^{ABC}	648,8 (576,9 — 729,5) ^{ABC}	3,2 (2,5 — 4,2) ^A	52,4 (45,0 — 59,8) ^D	59,0 (51,2 — 68,0) ^D	2,7 (2,0 — 3,4) ^A
DL-MV	719,2 (631,5 — 807,0) ^A	804 (711,2 — 909,0) ^A	3,1 (2,4 — 4,0) ^A	132,5 (114,5 — 150,5) ^{ABC}	149,0 (130,0 — 170,5) ^{ABC}	2,8 (2,2 — 3,7) ^A
DL-AV	478,5 (424,4 — 532,6) ^{CD}	532,0 (473,0 — 599,0) ^{CDE}	3,2 (2,5 — 4,1) ^A	138,7 (119,2 — 158,2) ^A	156,0 (135,0 — 180,2) ^A	2,6 (2,0 — 3,4) ^A
SLZ	455,6 (414,9 — 496,4) ^D	499 (455,5 — 547,0) ^E	4,1 (3,2 — 5,4) ^A	-	-	-
SLZ-BV	476,0 (421,9 — 530,2) ^{CD}	529,3 (473,3 — 592,0) ^{CE}	3,4 (2,6 — 4,4) ^A	41,2 (35,9 — 46,5) ^D	46,1 (40,5 — 52,7) ^D	2,9 (2,3 — 3,8) ^A
SLZ-MV	620,6 (555,7 — 685,5) ^{AB}	686,8 (617,6 — 763,2) ^{AB}	3,6 (2,8 — 4,7) ^A	105,8 (92,7 — 119,0) ^C	118,2 (104,0 — 134,2) ^C	3,0 (2,3 — 3,9) ^A
SLZ-AV	493,3 (456,5 — 530,1) ^{CD}	535,0 (497,9 — 575,0) ^D	5,7 (4,0 — 7,0) ^A	137,6 (125,4 — 150,0) ^{AB}	150,9 (138,0 — 164,9) ^{AB}	4,3 (3,3 — 4,6) ^A

* Diferentes letras na mesma coluna indicam que não houve sobreposição nos intervalos de confiança e consequentemente diferenças significativas entre os grupos

Para a posição $z = 0$, o uso do agente de cimentação à base de resina para o recobrimento dos discos vitrocerâmicos proporcionou aumento significativo ($p < 0,05$) da resistência à flexão biaxial para DL-BV, DL-MV, SLZ-MV, quando comparado com todos os outros grupos. Ainda em $z = 0$, também foram observadas diferenças significativas ($p < 0,05$) entre as vitrocerâmicas, com maior média de resistência para SLZ, enquanto que DL, apresentou a menor média de resistência, diferindo estatisticamente de todos os outros grupos. Na condição bicamadas a menor média de resistência foi do SLZ-BV, embora, não foram encontradas diferenças significativas ($p < 0,05$) para as vitrocerâmicas que utilizaram resina composta aquecida. Ao analisar apenas os agentes de cimentação, MV apresentou a maior média de resistência, diferindo estatisticamente BV e AV ($p < 0,05$), independente da vitrocerâmica utilizada.

O m não apresentou diferenças significativas entre os grupos testados, assim a confiabilidade não foi afetada pelas vitrocerâmicas ou os agentes de cimentação. A análise de Weibull para a posição axial $z = 0$ pode ser verificada na figura 17.

Para a posição $z = -t_2$, as maiores médias de resistência à flexão biaxial estiveram associadas ao agente de cimentação de alta viscosidade (resina composta aquecida), para ambas vitrocerâmicas (DL-AV e SLZ-AV), com diferenças significativas aos demais grupos, exceto DL-MV. Os grupos que utilizaram agentes de cimentação de baixa viscosidade (DL-BV e SLZ-BV) não demonstraram diferenças significativas entre si, sendo os grupos que apresentaram as menores médias de resistência.

Na análise de Weibull não foram encontradas diferenças significativas entre os grupos, dessa forma, todos os grupos apresentaram similar confiabilidade. A análise de Weibull para a posição axial $z = -t_2$ pode ser verificada na figura 19.

Figura 17. Gráfico da análise de Weibull apresentando a probabilidade de sobrevivência (%) × resistência à flexão biaxial (MPa) para todos os grupos na posição axial $z=0$

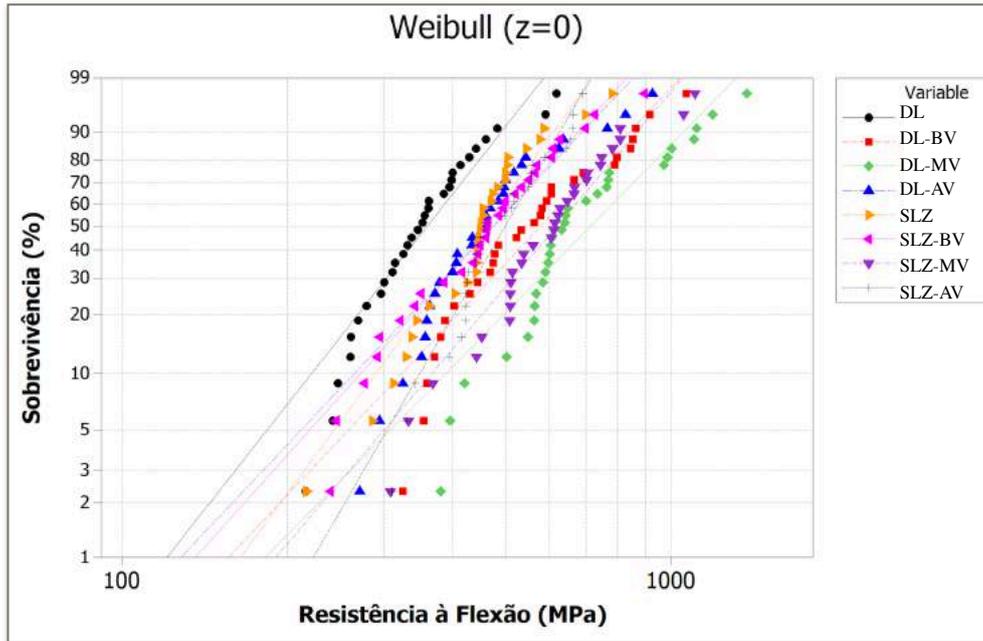
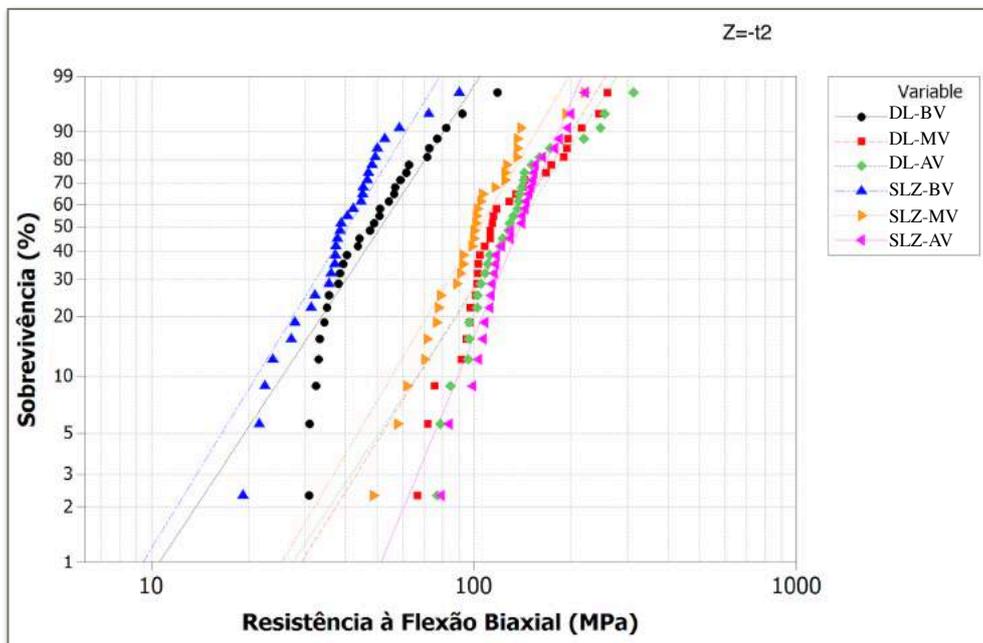


Figura 19. Gráfico da análise de Weibull apresentando a probabilidade de sobrevivência (%) × resistência à flexão biaxial (MPa) para todos os grupos na posição axial $z=-t_2$

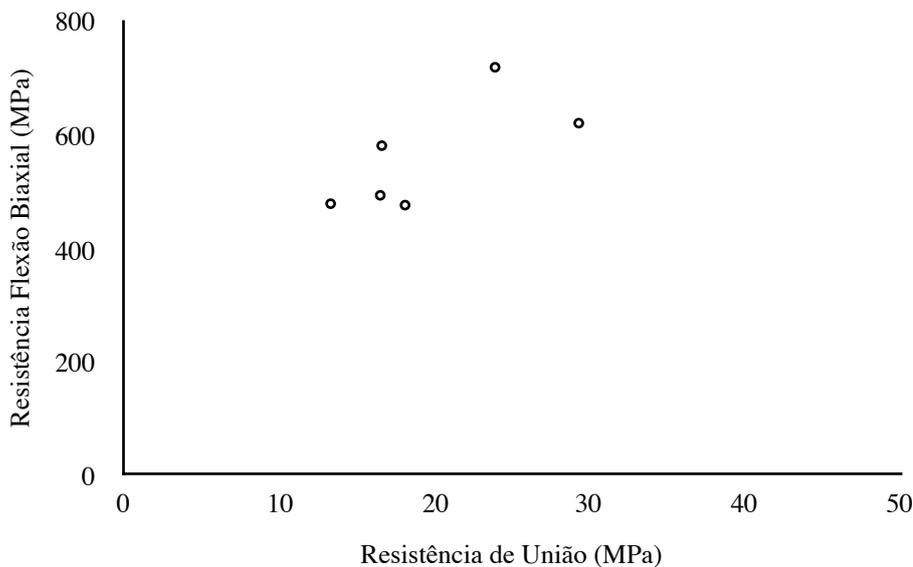


4.4 Correlação entre a viscosidade dos agentes de cimentação, resistência de união e resistência à flexão biaxial

A resistência de união gerada entre as vitrocerâmicas e a viscosidade dos agentes de cimentação foram submetidos à correlação de Pearson, apresentando um coeficiente de determinação de 75% e estatisticamente significativo ($p < 0,001$). Assim, estima-se que 75% da variabilidade dos valores da resistência de união é explicada pela viscosidade dos agentes de cimentação. Para a resistência à flexão biaxial, na posição $z = 0$, a correlação entre as médias da resistência à flexão biaxial e a viscosidade apresentaram coeficiente de determinação significativo ($p < 0,001$) de 38% e para a posição $z = -t_2$, os resultados revelaram uma correlação significativa ($p < 0,001$) de 53%.

As médias da resistência de união e da resistência à flexão biaxial (posição $z = 0$) também foram correlacionadas, sendo que a análise resultou em um coeficiente de determinação moderadamente positivo de 71%, mas sem diferenças significativas ($p = 0,109$) (Figura 21). Ao analisar o gráfico podemos verificar uma relação linear entre as variáveis, com aumento da resistência de união e flexão biaxial conforme maior viscosidade do agente de cimentação (BV → MV), entretanto, esse comportamento não foi similar de MV → AV.

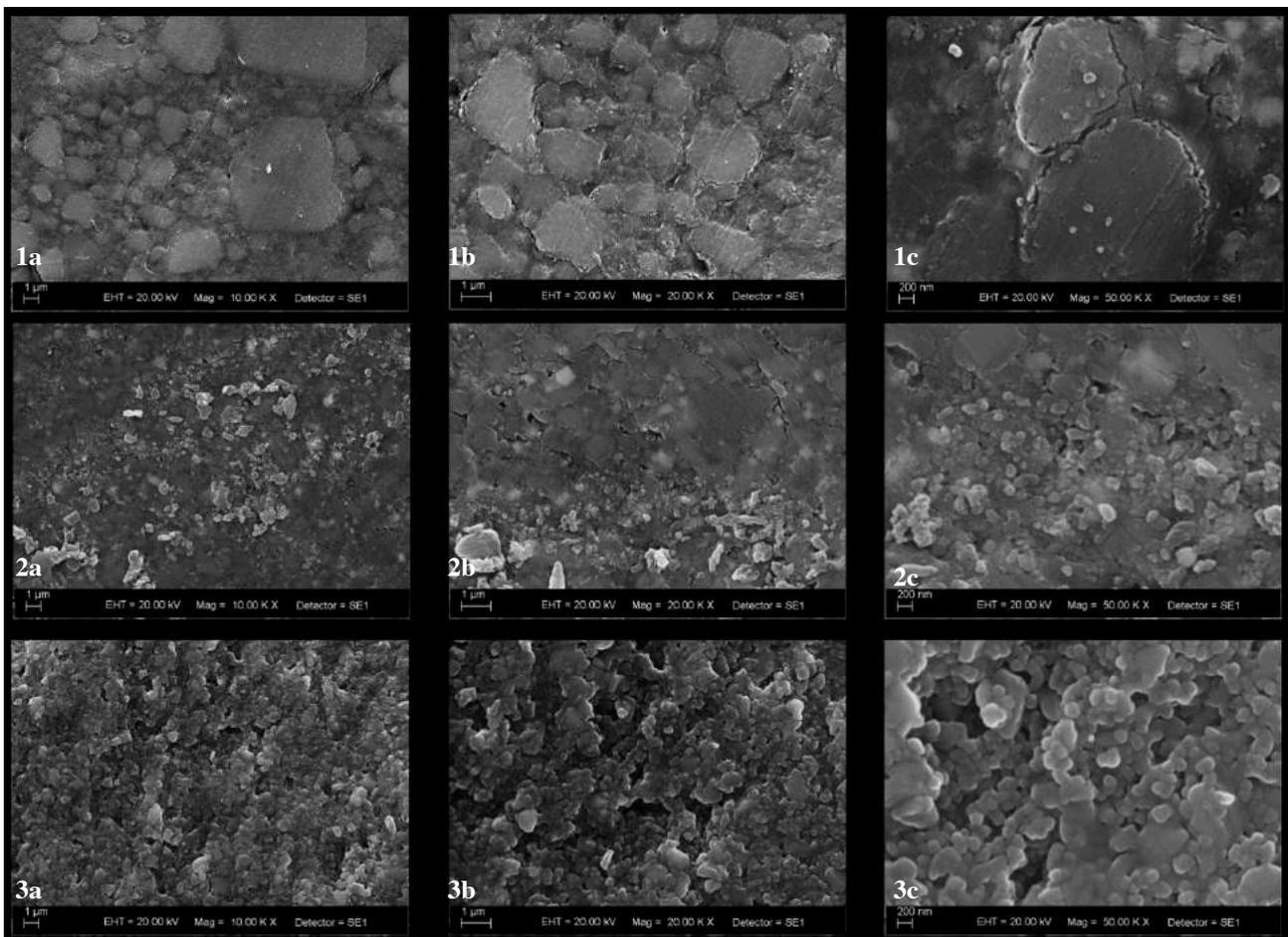
Figura 21. Gráfico da correlação de Pearson entre as médias da resistência de união e flexão biaxial



4.5 Morfologia dos agentes de cimentação à base de resina e interface adesiva

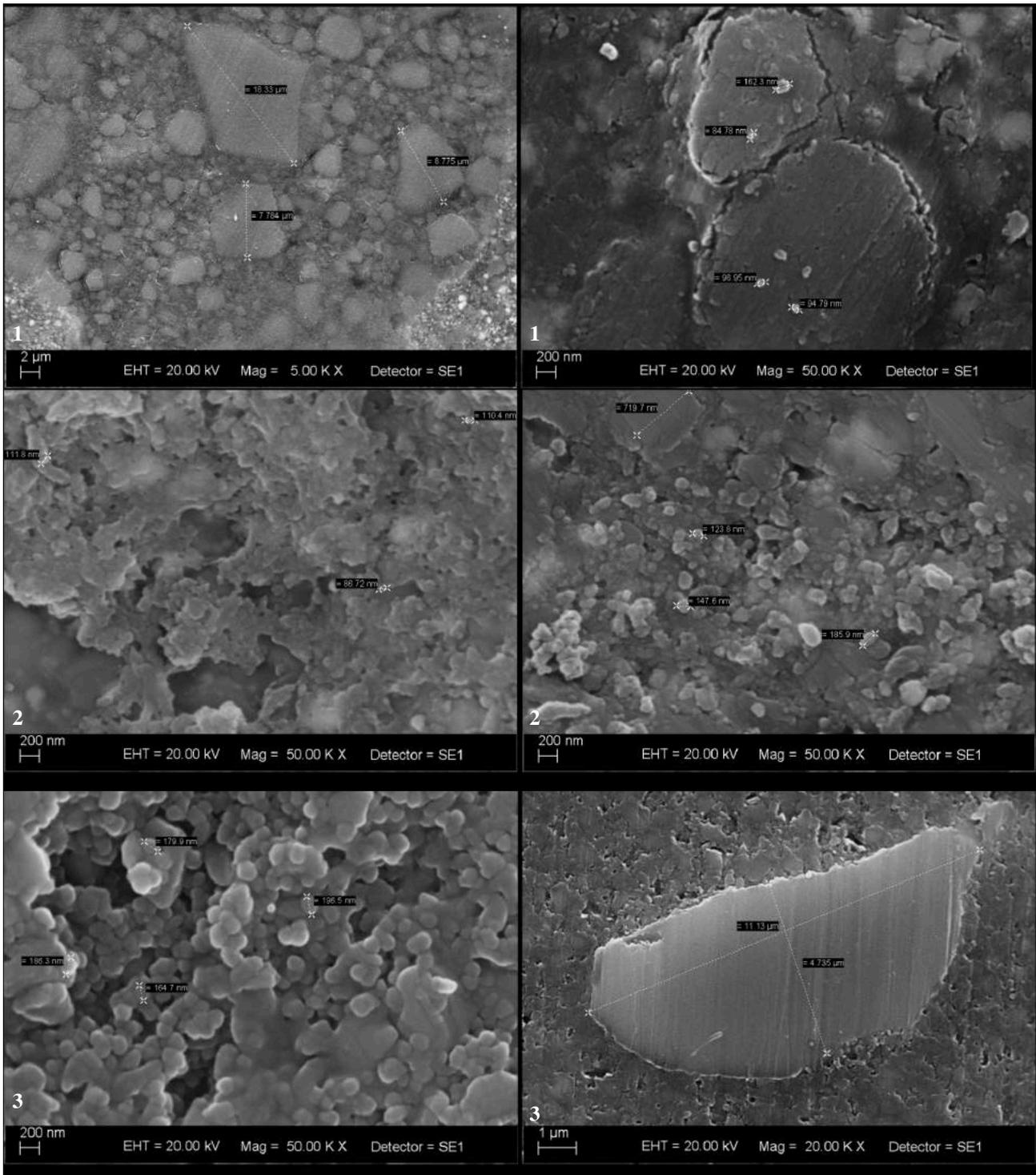
As fotomicrografias realizadas em MEV para os diferentes agentes de cimentação (BV, MV e AV) demonstram uma diferenciação no formato, distribuição e tamanho das partículas de carga (Figura 20). Para BV foi observado um formato irregular das partículas de carga com tamanho entre 0,1 a 18 μm . Para MV foram encontradas partículas de carga com formato esférico, com tamanho variando entre 0,08 - 0,7 μm , e em maior quantidade, quando comparado com BV. Para AV, o volume de partículas de carga encontrado foi superior ao BV e MV, com tamanho variando entre 0,08 a 4,7 μm (Figura 21).

Figura 20. Fotomicrografias dos agentes de cimentação evidenciando a distribuição, formato e tamanho das partículas. (1) BV (2) MV (3) AV em aumento de (a) 10000 \times (b) 20000 \times (c) 50000 \times



Fonte. Autor

Figura 21. Fotomicrografias da medida das partículas de carga dos agentes de cimentação em diferentes regiões. (1) BV (2) MV (3) AV em 20000 ×

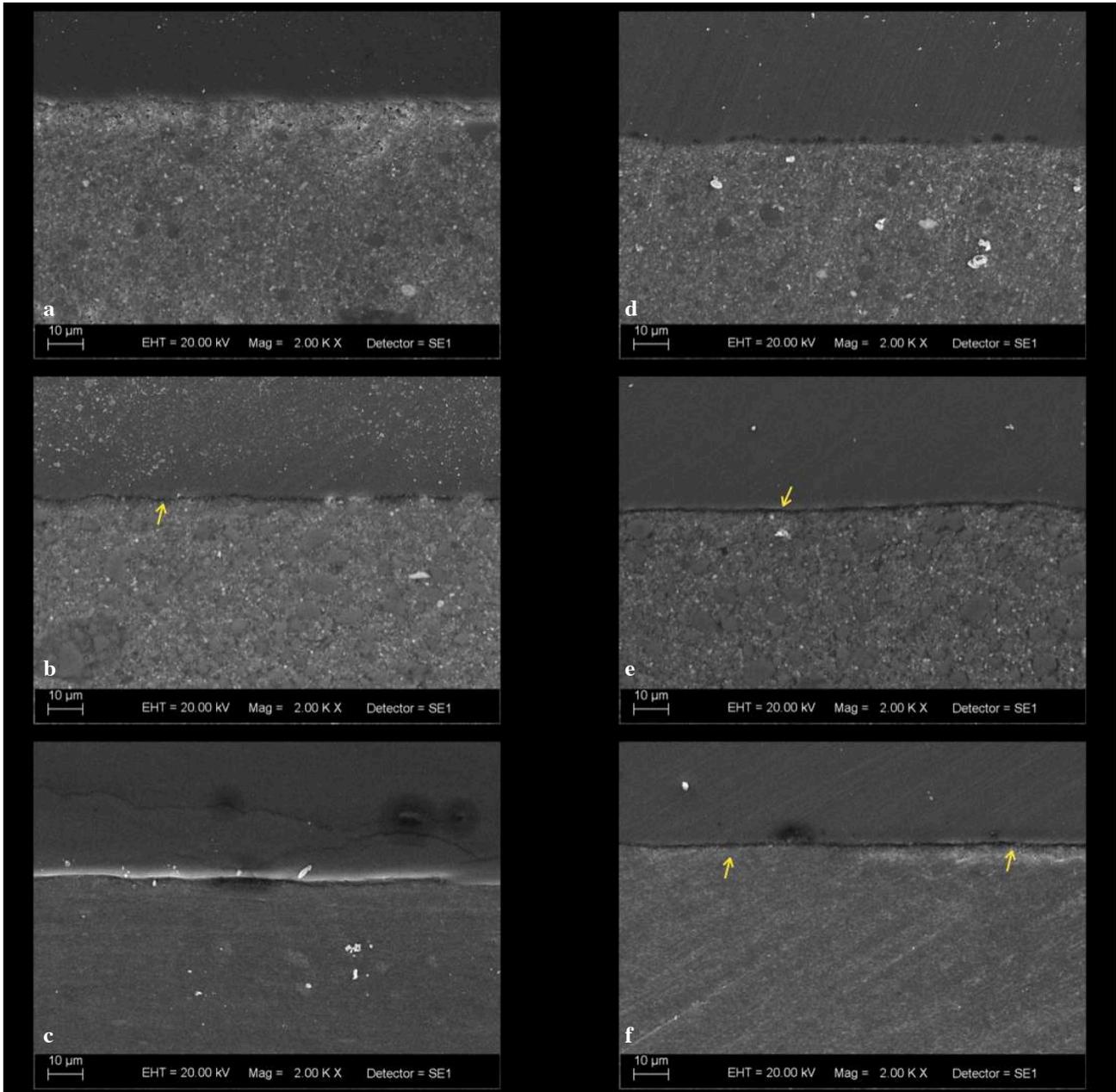


Fonte. Autor

Nas fotomicrografias das interfaces adesivas foi observado um comportamento distinto nas superfícies de contato entre as vitrocerâmicas condicionados e os agentes de cimentação. Para DL-MV e SLZ-MV foi observado um preenchimento completo das irregularidades geradas pelo condicionamento ácido na superfície da vitrocerâmica. Para DL-BV e SLZ-BV, comportamento similar foi observado com a presença de pequenas áreas não preenchidas pelo agente de

cimentação. Nos espécimes DL-AV e SLZ-AV baixa capacidade de preenchimento foi observada, evidenciando a presença de áreas não preenchidas pelo agente de cimentação (Figura 22).

Figura 22. Fotomicrografias das interfaces adesivas em 20000 × (a) DL-MV (b) DL-BV (c) DL-AV (d) SLZ-MV (e) SLZ-BV (f) SLZ-AD. Seta amarela indica as áreas não preenchidas pelo agente de cimentação na superfície da vitrocerâmica



Fonte. Autor

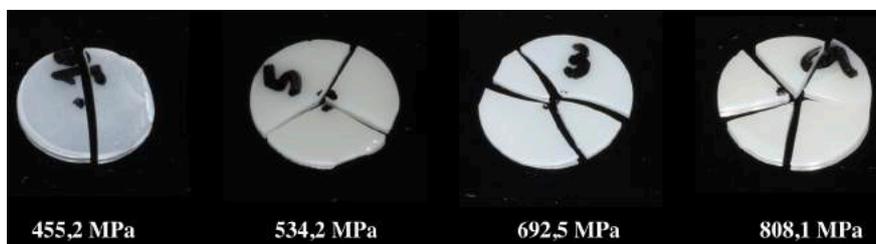
4.6 Análise Fractográfica

Após o ensaio de resistência à flexão biaxial os discos fraturados foram classificados de acordo com o número de fragmentos gerados (Tabela VIII). Para DL e SLZ (monocamadas) foram gerados 2 ou 3 fragmentos por disco. Já para os grupos bicamadas, de uma forma geral, foram registrados um número maior de fragmentos dos discos, 3 ou 4 ou mais. Para DL-MV e SLZ-MV houve um predomínio de 4 ou mais fragmentos por disco, evidenciando a necessidade de uma concentração maior de energia para ocasionar à fratura, estando de acordo com as médias resultantes após à resistência (Figura 23).

Tabela VIII. Distribuição do número de fragmentos (%) após resistência à flexão biaxial para todos os grupos

Grupo	Número de fragmentos		
	2	3	4 ou mais
DL	43,3	56,7	-
DL-BV	33,3	30	36,6
DL-MV	6,7	23,3	70
DL-AV	53,3	30	16,7
SLZ	40	60	-
SLZ-BV	23,3	43,3	33,3
SLZ-MV	10	23,3	66,7
SLZ-AV	13,3	70	16,7

Figura 23. Imagem representativa da associação do número de fragmentos com os valores (MPa) resultantes após resistência à flexão biaxial

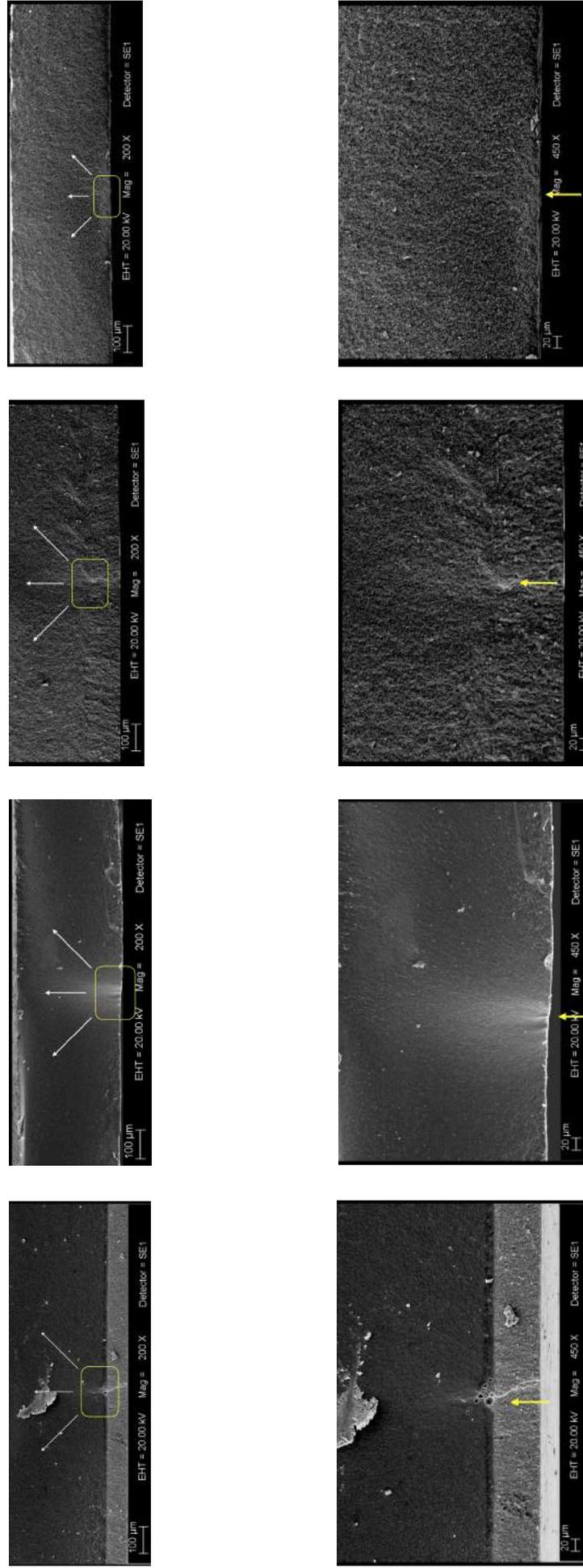


Fonte. Autor

Fotomicrografias representativas dos todos os grupos experimentais demonstraram um padrão similar de origem do defeito crítico, estando associadas as áreas submetidas à tensão e propagando-se através do material. Na maioria dos espécimes monocamadas e bicamadas as falhas foram

originadas na superfície da vitrocerâmica ou na interface adesiva (vitrocerâmica-agente de cimentação) estando relacionadas com a presença de bolhas no agente de cimentação ou a presença de poros na superfície da vitrocerâmica (Figura 24).

Figura 24. Imagens representativas das superfícies fraturas dos discos vitrocerâmicos após flexão biaxial. Destaque em amarelo no formato quadrado e setas brancas indicam a direção de propagação da fratura e setas amarelas apontam para a origem do defeito crítico



Fonte: Autor

4.7 Método elementos finitos

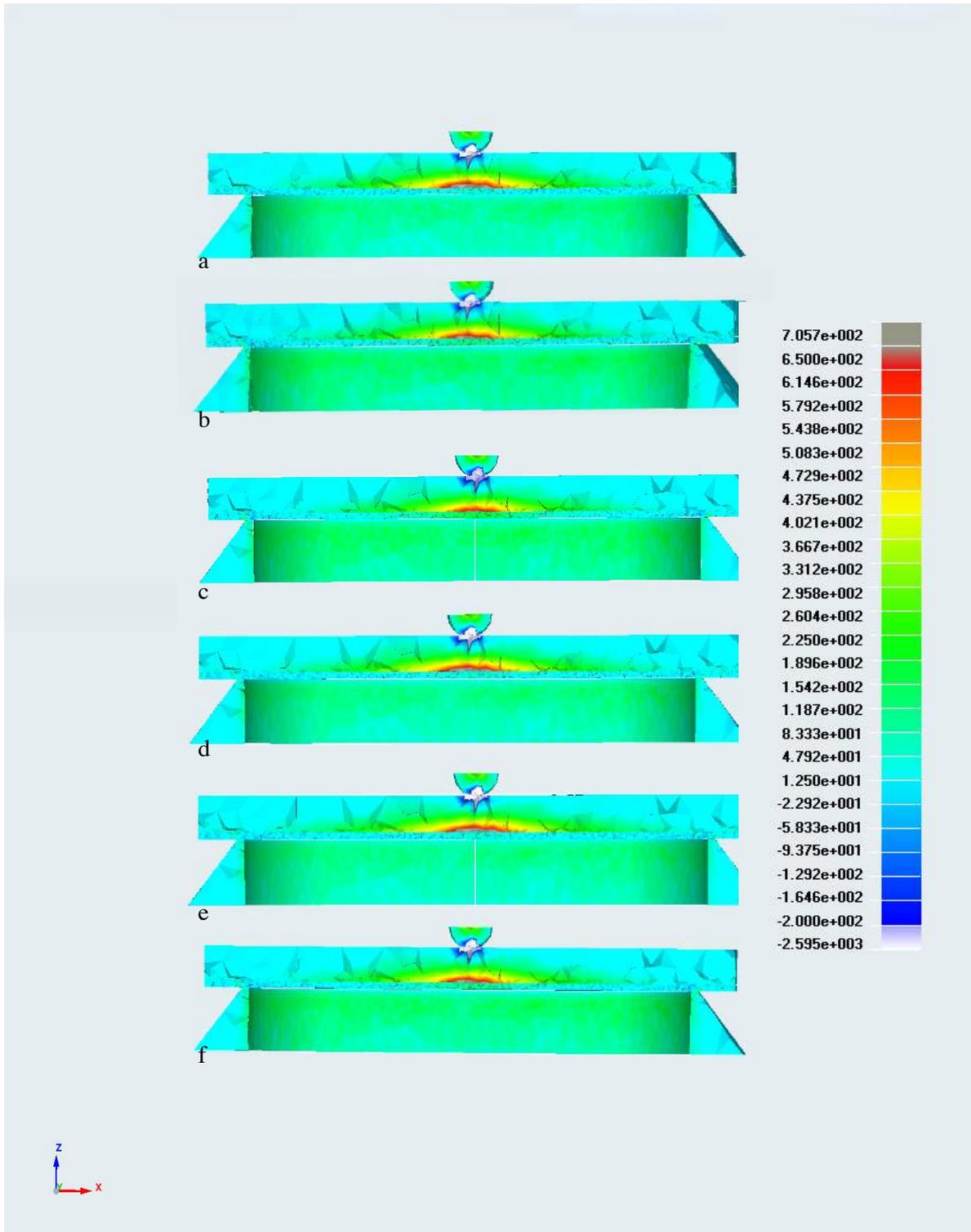
O deslocamento e a tensão máxima principal estão apresentadas na tabela IX. Para a simulação do carregamento foi utilizado 350 N, referente a menor média dos grupos experimentais da resistência à flexão biaxial (DL). A concentração de tensão foi observada na superfície da vitrocerâmica (voltada para o anel) e na interface adesiva, propagando-se em formato cônico, do agente de cimentação em direção ao centro do disco vitrocerâmico (Figura 25).

Para os grupos que utilizaram a resina composta aquecida (DL-AV e SLZ-AV) foi observado o menor deslocamento e concentração de tensão no conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação. Pode-se observar uma diminuição na concentração de tensões na superfície da vitrocerâmica (posição $z = 0$) de 17% para DL e 15% para SLZ, com o uso da resina composta aquecida. Por outro lado, a concentração de tensões na vitrocerâmica (posição $z = 0$) foi aumentada com o uso de agentes de cimentação de baixa viscosidade (DL-BV e SLZ-BV).

Tabela IX. Deslocamento (μm) e tensão máxima principal (MPa) do conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação

Grupo	Deslocamento (μm)	Tensão máxima principal (MPa)
DL-BV	125	844,5
DL-MV	112	766
DL-AV	105	705,7
SLZ-BV	124	851,3
SLZ-MV	121	855,2
SLZ-AV	110	777,3

Figura 25. Imagens da análise de elementos finitos demonstrando a distribuição de tensões do conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação simulando a resistência à flexão biaxial (a) DL-BV (b) DL-MV (c) DL-AV (d) SLZ-BV (e) SLZ-MV (e) SLZ-AV



5. DISCUSSÃO

Os resultados encontrados nesse estudo fornecem evidências que a viscosidade dos agentes de cimentação atuam de forma decisiva na resistência adesiva e na magnitude do reforço de restaurações confeccionadas com materiais vitrocerâmicos. Estudos prévios têm demonstrado que a viscosidade dos agentes de cimentação tem influência na capacidade de preenchimento das irregularidades superficiais geradas pelo condicionamento das estruturas dentais remanescentes e dos materiais cerâmicos, agindo diretamente na formação da camada híbrida (CLELLAND et al., 2005; ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2008).

A viscosidade é um importante parâmetro para o desempenho clínico dos agentes de cimentação (WATT, 1994; PAPADOGIANNIS et al., 2105), sendo controlada pela quantidade de partículas de carga e composição da matriz resinosa (BRAEM et al., 1989). Outro fator que pode controlar a viscosidade de materiais à base de resina é a modificação da temperatura, como relatado em estudos prévios (FROES-SALGADO et al., 2010; CALHEIROS et al., 2014).

No presente estudo, os agentes de cimentação demonstraram diferenças significativas na viscosidade, sendo que, a resina composta aquecida (AV) apresentou viscosidade muito superior a BV e MV, o que parece ser claro, devido a maior quantidade de partículas de carga presente em sua composição (75 - 79% em peso). A diferença de viscosidade de MV para BV (4 x maior), poderia estar relacionado com o tamanho das partículas de carga e composição da matriz resinosa, pois, a quantidade de carga apresenta pouca variação, entre 60 - 70% em peso. Sendo assim, a presença de partículas nanométricas em MV (0,01 a 3 μm) (Figura 20-2b), tendem formação de macroaglomerados, aumentando a interação com a matriz resinosa (LEE; SON; UM, 2003; LEE; UM; LEE, 2006) e conseqüentemente, sua viscosidade. Além disso, MV e BV apresentam matrizes resinosas com predomínio de diferentes monômeros, BIS-GMA e UDMA, respectivamente, embora essas matrizes apresentem peso molecular semelhante, suas viscosidades são extremamente distintas, 1000000 mPa.s (BIS-GMA) e 11000 mPa.s (UDMA) (ASMUSSEN, 1977; PEUTZFELDT, 1997).

A influência do pré-aquecimento na viscosidade de resinas compostas restauradoras foi demonstrado em estudos de AYUB et al. (2014) e corroboradas por RICKMAN; PADIPATVUTHIKUL; CHEE (2011), onde uma resina microhíbrida teve redução significativa de sua viscosidade após aquecimento à 60°C. Ainda, LUCEY et al. (2010) avaliariam o efeito do pré-aquecimento de uma resina híbrida em diferentes temperaturas (24 e 60°C) e aferidas nos tempos de 10, 30, 60, 90 e 120s, sendo observada significativa diminuição da viscosidade com o aumento da temperatura, independentemente do tempo de aferição. Teoricamente, o efeito do aquecimento da matriz resinosa promove uma vibração térmica nos monômeros, possibilitando aos mais afastados,

uma movimentação rápida entre eles (WAGNER et al., 2008), tendo como consequência uma deformação elástica temporária que retorna lentamente ao estado viscoso original. A matriz resinosa perde aproximadamente 50% da temperatura atingida após 2 min, retornando a temperatura original após 5 min (DARONCH et al., 2006).

Uma adequada adesão entre as estruturas dentais, cerâmica e agente de cimentação são essenciais para a longevidade das restaurações (GUESS; STAPPERT., 2008), sendo sugerido que valores de resistência de união não sejam inferiores a 13 MPa para uso clínico (THURMOND et al., 1994). Os valores de RU foram distintos para as diferentes condições experimentais com os maiores valores registrados para os agentes de cimentação de média viscosidade, independente da vitrocerâmica utilizada, embora, SLZ-MV foi estatisticamente superior aos demais grupos, seguido por DL-MV.

Ao analisar apenas as vitrocerâmicas, a diferença nos valores de RU, poderia estar relacionada com a composição microestrutural desses materiais, embora essa hipótese esteja limitada pelas poucas publicações relacionadas ao SLZ. As informações técnicas dos fabricantes de DL e SLZ relatam uma variação nos componentes químicos representativos da matriz vítrea dessas vitrocerâmicas, essa variação, poderia explicar as diferenças encontradas na literatura. Nesse contexto, AWARD et al. (2015) afirmaram que SLZ apresenta um conteúdo vítreo maior, quando comparada ao DL, enquanto que, para VICHI et al. (2017), que avaliaram a capacidade de polimento de SLZ e DL, a menor rugosidade superficial encontrada em SLZ, esta relacionada com um menor conteúdo da matriz vítrea.

Para ambas vitrocerâmicas, o uso da resina composta aquecida resultou em uma redução de aproximadamente 55% nos valores de resistência de união, quando comparadas ao agente de média viscosidade. Esse comportamento pode ter sido influenciado pela falta de capacidade da resina aquecida penetrar nas microretenções da superfície condicionada da vitrocerâmica, suportando a significância de 75% dos dados encontrados para a correlação entre a viscosidade e a resistência de união. Outro fator que pode ter afetado a resistência de união para os grupos que utilizaram a resina composta aquecida pode estar relacionado com a contração volumétrica de polimerização (WATTS; ALNAZZAWI., 2015), pois, estudos relatam que o pré-aquecimento das resinas compostas afeta significativamente a contração volumétrica de polimerização, devido a maior conversão polimérica (JONGSMA; KLEVERLAAN., 2015).

A análise do padrão de falhas revelou predomínio de falhas coesivas para os grupos que apresentaram a maior média de resistência de união (SLZ-MV e DL-MV), sendo que essa relação, é geralmente observada em estudos que utilizam o teste de microcissalhamento (VAN MEERBEEK et al., 2010). Resultados similares foram descritos por BACCHI et al. (2018), que encontraram um predomínio de falhas coesivas nas formulações de cimento resinosos que apresentaram os maiores

valores de resistência de união no teste de microcisalhamento. Entretanto, para os grupos com agente de cimentação de baixa viscosidade, SLZ-BV e DL-BV, houve um predomínio de falhas mistas, o que pode estar associado com as forças que agem na interface adesiva e no interior do agente de cimentação (DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; ARMSTRONG et al., 2009; BRAGA et al., 2010), pois, no ensaio de microcisalhamento as forças de tensão predominam sobre as de cisalhamento, então, a carga aplicada pode concentrar tensões em pequenas irregularidades presentes na interface adesiva e/ou no cilindro resinoso dando origem a uma falha mista (BRAGA et al., 2010; BACCHI et al., 2018).

É importante analisar que a mensuração dos valores de RU não é apenas dependente da resistência das interfaces adesivas ao materiais restaurador, mas também da presença de defeitos pré-existentes (KELLY, 1994). Através do módulo de Weibull é possível caracterizar a confiabilidade e a probabilidade de fratura de matérias frágeis (WEIBULL, 1951). Assim, a menor confiabilidade encontrada e significativamente diferente aos demais grupos, foi para os espécimes que apresentaram as menores médias de RU, ou seja, aqueles que utilizaram a resina composta aquecida cimentada ao dissilicato de lítio (DL-AV). No entanto, ao considerar os valores de referência para resistência de união (13 MPa), DL-AV apresenta uma sobrevivência superior a 50%, e mais de 90% para os demais grupos.

Nesse estudo, os parâmetros de resistência foram determinados pela flexão biaxial, pois essas tensões apresentam um cenário de carga mais significativo clinicamente quando comparada as tensões geradas pelos testes uniaxiais (WENDLER et al., 2016).

Foi observado um significativo fortalecimento das estruturas das vitrocerâmicas cimentadas (bicamadas) quando comparadas aos grupos controle (monocamada), estando de acordo com estudos prévios (ADDISON; SODHI; FLEMING, 2010; SPAZZIN et al., 2017; BACCHI, et al., 2018). A resistência à flexão dos espécimes monocamadas foi determinada pela solução analítica de Bassali (KIRSTEIN; WOOLLEY, 1967), sendo que, SLZ apresentou valores significativamente superiores ao DL, estando de acordo com as informações técnicas dos fabricantes e estudos prévios (ELASKA; ELNAGHY, 2016; TRAINI et al., 2016; SEN; US, 2017). O comportamento superior de SLZ pode ser explicado pelo acréscimo de partículas de dióxido de zircônia (ZrO_2) em sua fase vítrea (ELASKA; ELNAGHY, 2016), embora, estudos recentes não demonstrem que a incorporação de ZrO_2 promova a interrupção da propagação de trincas (DE RAMOS et al., 2016). Assim, os maiores valores de resistência à flexão de SLZ, poderiam estar relacionados com o formato e tamanho dos cristais presentes na sua fase cristalina (BELLI et al., 2016). Nesse contexto, DL apresenta cristais interlaçados de dissilicato de lítio ($Li_2Si_2O_5$), randomicamente orientados com formato agulhado, de aproximadamente 5 μm de comprimento e 0,8 μm de diâmetro (BELLI et al., 2016; WILLARD; CHU, 2018) enquanto que SLZ, possui cristais submicrométricos de Li_2SiO_5

levemente arredondados e alongados além de ortofosfato de lítio (Li_3PO_4) arredondado e nanométrico (BELLI et al., 2016). Esses cristais nanométricos são gerados pela presença de ZrO_2 , o qual, funciona como agente de nucleação, formando partículas de silicato quatro vezes menor ($0,5 \mu\text{m}$) (AWARD et al., 2015; BELLI et al., 2016) quando comparada ao DL. Essa nucleação origina uma microestrutura muito fina ($\text{LiO}_2\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2$) capaz de melhor resistência de SLZ (TRAINI et al., 2016).

Para os espécimes bicamadas, a resistência à flexão foi calculada de acordo com método matemático proposto por HSUEH; LANCE; FERBE (2005), o qual, fornece os valores em diferentes posições axiais através do conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação (ADDISON; SODHI; FLEMING, 2010; SPAZZIN et al., 2016).

Para a posição axial $z = 0$, os discos cimentados com agente de média viscosidade (MV) registraram os maiores valores de resistência à flexão, com aumento de 100 % na resistência para DL e 36 % para SLZ, quando comparados ao respectivo grupo controle. Ao analisar as imagens em MEV (Figura 22a-d), pode-se observar a formação de uma camada híbrida homogênea, onde MV preencheu completamente as irregularidades na superfície da vitrocerâmica condicionada, estabelecendo um mecanismo de sinergia entre o conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação, capaz de reforçar a cerâmica (FLEMING et al., 2006). Já para os discos cimentados com a resina composta aquecida foram registrados os menores valores de resistência à flexão, o que acaba evidenciando os dados significativos de 38% encontrados na correlação entre a viscosidade e a resistência à flexão na posição $z = 0$. Embora estudos estabeleçam uma relação positiva entre o aumento da quantidade de partículas de carga e a melhora na performance mecânica dos materiais resinosos (OZTURK et al., 2012; CZASCH; ILIE, 2013), esse cenário, não refletiu positivamente para o aumento do reforço das vitrocerâmicas. Ainda que, a viscosidade da resina composta tenha sido diminuída pelo aquecimento, as imagens em MEV (Figura 22c-f), demonstram que essa alteração não foi suficiente para a completa infiltração da resina composta nas irregularidades geradas pelo condicionamento da superfície da vitrocerâmica. A presença de espaços vazios no interior da interface adesiva pode gerar ou potencializar tensões prejudiciais que reduzem a resistência da cerâmica facilitando a propagação da fratura (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007).

A magnitude do reforço gerado pelo conjunto vitrocerâmica-agente de cimentação também é dependente do módulo de elasticidade dos agentes de cimentação (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007). Estudo recente, avaliou a influência do uso de agentes de cimentação com diferentes módulo de elasticidade no reforço cerâmico e pode-se concluir que houve um aumento significativo no reforço das cerâmicas que utilizaram cimentos com módulo de elasticidade intermediário (6,6 GPa) e alto (13,3 GPa) (SPAZZIN et al., 2017). No presente estudo, os resultados

encontrados foram similares para as vitrocerâmicas cimentadas com agentes de média viscosidade (8,3 GPa), o que fortalece a teoria que os agentes de cimentação devem possuir um módulo de elasticidade próximo ao da dentina (LIA; WHITTE, 1999), porém não superior. Um limite foi observado na capacidade de aumento do reforço com o uso da resina composta aquecida (AV), de elevado módulo de elasticidade (12,5 GPa), provavelmente pela formação de uma camada híbrida de baixa qualidade (Figura 22c-f).

Para a posição axial $z = -t_2$, o uso da resina composta aquecida (AV) apresentou os mais altos valores de resistência à flexão, demonstrando um contraste com os resultados encontrados em $z = 0$, mas confirmando a correlação significativa de 53%, entre a viscosidade e a resistência à flexão. Tal comportamento demonstra uma influencia significativa das propriedades mecânicas dos agentes de cimentação no desempenho do reforço das cerâmicas cimentadas, demonstrando uma relevância superior do desempenho mecânico do agente de cimentação do que com a capacidade de formação da camada híbrida, estando de acordo com SOARES et al. (2015). Fica evidente que o mecanismo de reforço das cerâmicas está relacionado com o comportamento elástico dos agentes de cimentação, independente da quantidade de defeitos pré-existente na cerâmica (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007). Ao analisar os resultados do MEF é possível observar que a resina composta aquecida, devido as suas melhores propriedades mecânicas, apresentou uma capacidade superior de absorção de energia (Figura 25c-e) quando comparada aos agentes de cimentação de baixa e média viscosidade, entretanto, essa capacidade não foi refletida na resistência à flexão ($z = 0$). Isso provavelmente ocorra devido a formação de uma camada híbrida de baixa qualidade, consequência da falta de capacidade da resina composta aquecida escoar para o interior das irregularidades da superfície da vitrocerâmica, o que acaba comprometendo a dissipação das tensões para a estrutura da vitrocerâmica.

A análise de Weibull demonstrou similar confiabilidade e ausência de diferenças significativas para a resistência à flexão em ambas posições axiais ($z = 0$ e $z = -t_2$), embora o silicato de lítio reforçado com óxido de zircônia associadas a resina composta aquecida tenha apresentado os maiores valores de m . Ao analisar o gráfico de sobrevivência ($z = 0$) DL apresentou uma probabilidade de falha de aproximadamente 40% em correspondência a sua média de resistência à flexão (355,6 MPa), enquanto que SLZ revelou uma probabilidade de falha próxima a 30%, em relação a sua média de resistência (455,6 MPa). Para a posição $z = -t_2$, há elevada probabilidade de falha, cerca de 70%, para SLZ cimentado com agente de baixa viscosidade, em sua correspondente média de resistência (41,2 MPa), enquanto que, nesse patamar de resistência a sobrevivência é de 100% para MV e AV.

A análise fractográfica forneceu informações adicionais sobre a interação da viscosidade do agente de cimentação com o reforço gerado na vitrocerâmica. Para DL e SLZ, o uso do agente de

cimentação de média viscosidade resultou no maior número de fragmentos (4 ou mais), justificando os resultados encontrados na resistência à flexão. Esses achados estão de acordo com QUINN et al. (2005), que demonstram uma relação entre a energia necessária para causar a fratura catastrófica com o número de fragmentos produzidos. Todos os grupos apresentaram um padrão de fatura semelhante (Figura 24), com a origem relacionada com a região submetida à tração e com o gradiente de tensão se propagando em direção a curva de compressão (*compression curl*). Para os discos monocamadas a origem esteve associada a porosidades ou defeitos superficiais, enquanto que nos discos bicamadas, a presença de bolhas na interface adesiva facilitou a propagação de trincas através da estrutura da vitrocerâmica e do agente de cimentação, concordando com BACCHI et al. (2018).

O resultado do processo de cimentação das cerâmicas é dependente da degradação da superfície interna e completa infiltração de um agente de cimentação à base de resina para a formação de uma camada híbrida homogênea (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007). A cimentação adesiva, além de promover a retenção das restaurações ainda potencializa as propriedades mecânicas das vitrocerâmicas, como validado nesse estudo. Entretanto, existem aspectos condicionais que demonstram que a formação de uma camada híbrida homogênea não é fator isolado capaz de garantir o melhor desempenho clínico, pois, estudos comprovam que o módulo de elasticidade (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007), composição (BACCHI et al., 2018) e modo presa (SPAZZIN et al., 2016) dos agentes de cimentação à base de resina afetam decisivamente na capacidade de reforço das cerâmicas. Nesse contexto e com base nos resultados encontrados, o fator viscosidade do agente de cimentação soma-se a esses aspectos, pois demonstrou total influência na resistência de união e capacidade de reforço das vitrocerâmicas.

Recentemente, foi sugerido que agentes de cimentação com elevadas propriedades mecânicas poderiam melhorar o comportamento mecânico do conjunto formado pelo agente de cimentação e a cerâmica (SPAZZIN et al., 2016) embora os resultados encontrados nesse estudo, demonstram que o uso da resina composta aquecida não forneceu as condições adequadas para o escoamento para o interior das irregularidades superficiais da vitrocerâmica, sendo assim, não foi possível aproveitar as propriedades mecânicas da resina para obter uma melhor resistência de união e comportamento mecânico das estruturas cimentadas, o que pode ter provocado a ausência significativa da correlação entre a resistência de união e a flexão biaxial, mesmo com um coeficiente de determinação de 71%.

Como consequência desse trabalho, os resultados sugerem que a resina composta aquecida utilizada como agente de cimentação precisa de mecanismos adicionais que favoreçam seu escoamento sobre a superfície da cerâmica condicionada, como por exemplo o uso de vibração sônica (PEUTZFELDT, 1994; SCHMIDLIN et al., 2005) ou a aplicação de um adesivo de baixa viscosidade, previamente ao uso de agentes de cimentação altamente viscosos, afim de preencher

essas irregularidades (NAVES et al., 2010), embora estudos adicionais são necessários para confirmar essas hipóteses. O que parece incontestável é a influência multifatorial das propriedades mecânicas do agente de cimentação na capacidade adesiva e no reforço das vitrocerâmicas, evidentemente confirmado nos resultados superiores de MV em comparação com BV. Nesse sentido, usufruir das propriedades mecânicas da resina composta parece um caminho bastante promissor ainda que a técnica de cimentação apresente alta sensibilidade e maior tempo de trabalho ao profissional. Outro aspecto importante, é o entendimento do efeito causado pelo aquecimento na estrutura das resinas compostas por nanopartículas, visto que essas informações são escassas. Estudos posteriores também poderiam avaliar a longevidade da adesão e reforço do conjunto agente de cimentação-vitrocerâmica, através da simulação de envelhecimento acelerado.

6. CONCLUSÃO

Com base na metodologia aplicada e nos resultados obtidos podemos concluir que:

- 1- A viscosidade dos agentes de cimentação influenciam de forma decisiva na resistência de união e no reforço das vitrocerâmicas.
- 2- O uso de agentes de cimentação à base de resina melhorou as propriedades mecânicas dos discos vitrocerâmicos.
- 3- O agente de cimentação de média viscosidade demonstrou a melhor capacidade de união e reforço para ambas vitrocerâmicas.
- 4- A resina composta aquecida foi capaz de diminuir a concentração de tensões nas vitrocerâmicas, embora esse comportamento não tenha se refletido na capacidade de reforço.

REFERÊNCIAS

- ADDISON, O., MARQUIS, P. M., FLEMING, G. J. P. Resin elasticity and the strengthening of all-ceramic restorations. **J. Adhes. Dent.**, v. 86, n. 6, p. 519-523, 2007.
- ADDISON, O., MARQUIS, P. M., FLEMING, G. J. Adhesive Luting of All-ceramic Restorations-The Impact of Cementation Variables and Short-term Water Storage on the Strength of a Feldspathic Dental Ceramic. **J. Adhes. Dent.**, v. 10, n. 4, p. 867-871, 2008.
- ADDISON, O., SODHI, A., FLEMING, G. J. Seating load parameters impact on dental ceramic reinforcement conferred by cementation with resin-cements. **Dent. Mater.**, v. 26, p. 9, p. 915-921, 2010.
- ALESSANDRETTI, R., BORBA, M., BENETTI, P., CORAZZA, P. H., RIBEIRO, R., DELLA BONA, A. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. **Dent. Mater.**, v. 33, n. 2, p. 191-197, 2017.
- ALMEIDA, S. B. M. D. Avaliação das propriedades físicas de resinas compostas restauradoras pré-aquecidas e resinas fluidas com a finalidade de cimentação de facetas cerâmicas. Tese Doutorado Universidade de São Paulo. Curso de Odontologia. São Paulo, SP, 2016.
- ARMSTRONG, S., GERALDELI, S., MAIA, R., RAPOSO, L. H. A., SOARES, C. J., YAMAGAWA, J. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. **Dent. Mater.**, v. 26, n. 2, p. 50-62, 2010.
- ASMUSSEN, E. Penetration of restorative resins into acid etched enamel. I: Viscosity, surface tension and contact angle of restorative resin monomers. **Acta Odont. Scandi.**, v. 35, n. 4, p. 175-182, 1977.
- AUSIELLO, P.; APICELLA, A.; DAVIDSON, C. Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restorations—a 3D finite element analysis. **Dent. Mater.**, v. 18, n. 4, p. 295-303, 2002.
- AWAD, D., STAWARCZYK, B., LIEBERMANN, A., ILIE, N. Translucency of esthetic dental restorative CAD/CAM materials and composite resins with respect to thickness and surface roughness. **J. Prosthetic. Dent.**, v. 113, n. 6, p. 534-540, 2015.
- AYUB, K. V., SANTOS JR, G. C., RIZKALLA, A. S., BOHAY, R., PEGORARO, L. F., RUBO, J. H., SANTOS, M. J. M. Effect of preheating on microhardness and viscosity of 4 resin composites. **J. Can. Dent. Assoc.**, v. 80, n. 4, p. 191-196, 2014.
- BACCHI, A., PFEIFER, C. S. Rheological and mechanical properties and interfacial stress development of composite cements modified with thio-urethane oligomers. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 8, p. 978-986, 2016.
- BACCHI, A., SPAZZIN, A. O., DE OLIVEIRA, G. R., PFEIFER, C., CESAR, P. F. Resin cements formulated with thio-urethanes can strengthen porcelain and increase bond strength to ceramics. **J. Dent.**, v. 73, n. 2, p. 50-56, 2018.
- BRAGA, R. R., MEIRA, J. B., BOARO, L. C., XAVIER, T. A. (2010). Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. **Dent. Mater.**, v. 26, n. 2, p. 38-49, 2010.

- BELLI, R.; WENDLER, M.; DE LIGNY, D.; CICCONE, M. R.; PETSCHERT, A.; PETERLIK, H.; LOHBAUER, U. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent. Mater.**, v. 33, n. 1, p. 84-98, 2017.
- BELSER, U. C., MAGNE, P., MAGNE, M. Ceramic laminate veneers: continuous evolution of indications. **J. Esthet. Restor. Dent.**, v. 9, n. 4, p. 197-207, 1997.
- BEIER, U. S., KAPFERER, I., BURTSCHER, D., DUMFAHRT, H. Clinical performance of porcelain laminate veneers for up to 20 years. **Inter. J. Prosthodont.**, v. 25, n. 1, p. 234-239, 2012.
- BINDL, A., MÖRMANN, W. H. Clinical and SEM evaluation of all-ceramic chair-side CAD/CAM-generated partial crowns. **Eur. J. Oral Sci.**, v. 111, n. 2, p. 163-169, 2003.
- BRAEM, M., FINGER, W., VAN DOREN, V. E., LAMBRECHTS, P., VANHERLE, G. Mechanical properties and filler fraction of dental composites. **Den. Mater.**, v. 5, n. 5, p. 346-349, 1989.
- CALAMIA, J. R. Etched porcelain veneers: the current state of the art. **Quintessence Inter.**, v. 16, n. 1, p. 5, 1985.
- CALHEIROS, F. D. ARONCH, M., RUEGGEBERG, F. A., BRAGA, R. R. Effect of temperature on composite polymerization stress and degree of conversion. **Dent. Mater.**, v. 30, n. 6, p. 613-618, 2014.
- CHEN, J. H., MATSUMURA, H., ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J. Dent.**, v. 26, n. 1, p. 53-58, 1998.
- CLELLAND, N. L., PAGNOTTO, M. P., KERBY, R. E., SEGHI, R. R. Relative wear of flowable and highly filled composite. **J. Prosthet. Dent.**, v. 93, n. 2, p. 153-157, 2005.
- CZASCH, P., ILIE, N.. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. **Clinic. Oral Invest.**, v. 17, n. 1, p. 227-235, 2013.
- D'ARCANGELO, C., DE ANGELIS, F., VADINI, M., D'AMARIO, M. Clinical evaluation on porcelain laminate veneers bonded with light-cured composite: results up to 7 years. **Clin. Oral Investig.**, v. 16, n. 4, p. 1071-1079, 2012.
- DARONCH, M., RUEGGEBERG, F. A., DE GOES, M. F. Monomer conversion of pre-heated composite. **J. Dent. Res.**, v. 84, n. 7, p. 663-667, 2005.
- DAVIDOWITZ G, KOTICK PG. The use of CAD/CAM in dentistry. **Dent. Clin. North Am.**, v.55, n. 3, p. 559-570, 2011.
- DE CARVALHO RAMOS, N., CAMPOS, T. M. B., DE LA PAZ, I. S., MACHADO, J. P. B., BOTTINO, M. A., CESAR, P. F., DE MELO, R. M. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 7, p. 870-878, 2016.
- DELLA BONA, A., VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **Jour. Den. Resear.**, v. 74, n. 9, p. 1591-1596, 1995.

- ELSAKA, S. E.; ELNAGHY, A. M. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 7, p. 908-914, 2015.
- FASBINDER, D. J., DENNISON, J. B., HEYS, D., NEIVA, G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns. **J. Am. Dent. Assoc.**, v. 141, p.10S-14S, 2010.
- FEDERIZZI, L., GOMES, É. A., BÁRATRO, S. S. P., BARATTO-FILHO, F., BACCHI, A., SPAZZIN, A. O. Use of feldspathic porcelain veneers to improve smile harmony: a 3-year follow-up report. **Braz. Dent. J.**, v. 27, n. 6, p. 767-774, 2016.
- FLEMING, G. J. P., MAGUIRE, F. R., BHAMRA, G., BURKE, F. M., MARQUIS, P. M. The strengthening mechanism of resin cements on porcelain surfaces. **J. Dent. Resear.**, v. 85, n. 3, 272-276, 2006.
- FLEMING, G. J., HOOI, P., ADDISON, O. The influence of resin flexural modulus on the magnitude of ceramic strengthening. **Dent. Mater.**, v. 28, n. 7, p. 769-776, 2012.
- FRÓES-SALGADO, N. R., SILVA, L. M., KAWANO, Y., FRANCCI, C., REIS, A., LOGUERCIO, A. D. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. **Dent. Mater.**, v. 26, n. 9, p. 908-914, 2010.
- JONGSMA, L. A. KLEVERLAAN, C. J. Influence of temperature on volumetric shrinkage and contraction stress of dental composites. **Dent. Mater.**, v. 31, n. 6, p. 721-725, 2015.
- GUESS, P. C. STAPPERT, F. J. Midterm results of a 5-year prospective clinical investigation of extended ceramic veneers. **Dent. Mater.**, v. 24, n. 6, p. 804-813, 2008.
- GUESS, P. C., ZAVANELLI, R. A., SILVA, N. R., BONFANTE, E. A., COELHO, P. G., THOMPSON, V. P. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. **Inter. J. Prosthodont.**, v. 23, n. 5, p. 675-681, 2010.
- GUESS, P. C., SELZ, C. F., VOULGARAKIS, A., STAMPF, S., STAPPERT, C. F. Prospective clinical study of press-ceramic overlap and full veneer restorations: 7-year results. **Inter. J. Prosthodont.**, v. 27, n. 4, p. 978- 987 2014.
- HOOI, P.; ADDISON, OWEN; FLEMING, GARRY JP. Testing rate and cementation seating load effects on resin-strengthening of a dental porcelain analogue. **J. of Dentis.**, v. 41, n. 6, p. 514-520, 2013
- HSUEH, C. H., LANCE, M. J., FERBER, M. K. Stress Distributions in Thin Bilayer Discs Subjected to Ball-On-Ring Tests. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 88, n. 6, p. 1687-1690, 2005.
- IVOCLAR VIVADENT AG. IPS e. max CAD Scientific Documentation, March, 2011.
- IVOCLAR VIVADENT AG. Scientific Documentation IPS Empress Direct, February, 2010.
- IVOCLAR VIVADENT AG. Scientific Documentation Variolink N, April, 2010.
- ISO 4049. Dentistry - Polymer-based restorative materials, 2010

ISO 6872. Dental ceramic. Geneva, Switzerland:International Organization for Standardization; 2008.

JARDEL, V., DEGRANGE, M., PICARD, B., DERRIEN, G. Surface energy of etched ceramic. **Inter. J. Prosthodont.**, v. 12, n. 5, p. 102-112, 1999.

LAYTON, D. M., WALTON, T. R. The up to 21-year clinical outcome and survival of feldspathic porcelain veneers: accounting for clustering. **Inter. J. Prosthodont.**, v. 25, n. 6, p. 968-991, 2012.

LAUVAHUTANON, S., TAKAHASHI, H., SHIOZAWA, M., IWASAKI, N., ASAKAWA, Y., OKI, M., ARKSORNNUKIT, M. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. **Dent. Mater J.**, v. 33, n. 5, p. 705-710, 2014.

LEE, I., SON, H., UM, C. Rheologic properties of flowable, conventional hybrid, and condensable composite resins. **Dental Materials**, v. 19, n. 4, p. 298-307, 2003.

LEE, J. H., UM, C. M., LEE, I. B. Rheological properties of resin composites according to variations in monomer and filler composition. **Dent. Mater.**, v. 22, n. 6, p. 515-526, 2006.

LI, R. W. K., CHOW, T. W., MATINLINNA, J. P. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. **J. Prosthodont. Resear.**, v. 58, n. 4, p. 208-216, 2014.

LIA, Z. WHITE, S. N. Mechanical properties of dental luting cements. **The Jour. Prosthet. Dentist.**, v. 81, n. 5, p. 597-609, 1999.

LOVELL, L. G., LU, H., ELLIOTT, J. E., STANSBURY, J. W., BOWMAN, C. N. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. **Dent. Mater.**, v. 17, n. 6, p. 504-511, 2001.

LUCEY, S., LYNCH, C. D., RAY, N. J., BURKE, F. M., HANNIGAN, A. (2010). Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. **J. Oral Rehabil.**, v. 37, n. 4, p. 278-282, 2010.

MARQUES, A.G. Avaliação da caracterização de superfície e resistência à fratura de materiais cerâmicos CAD/CAM submetidos a envelhecimento térmico artificial. Dissertação de Mestrado. Universidade de Ribeirão Preto. Curso de Odontologia, Ribeirão Preto, SP, 2018.

MATINLINNA, J. P., LASSILA, L. V., ÖZCAN, M., YLI-URPO, A., VALLITTU, P. K. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. **Inter. J. Prosthodont.**, v. 17, n. 2, p. 793-802, 2004.

NAVES, L. Z., SOARES, C. J., MORAES, R. R. D., GONÇALVES, L. S., SINHORETI, M. A. C., CORRER-SOBRINHO, L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. **Oper. Dent.**, v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.

KELLY JR. Clinically relevant approach to failure testing of all- ceramic restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v. 8, n. 2, p. 652-61, 1999.

KIM KH, ONG JL, OKUNO O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. **J. Prosthet. Dent.**, v. 87, n. 6, p. 642-9, 2002.

- KIRSTEIN, A. F. WOOLLEY, R. M. Symmetrical bending of thin circular elastic plates on equally spaced point supports. **J. Res. Natl. Bur. Stand. C.**, v. 71, n. 1, p. 1-10, 1967.
- ÖZCAN, M., VALLITTU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent. Mater.**, v. 19, n. 8, p. 725-731, 2013.
- ÖZTÜRK, E., HICKEL, R., BOLAY, Ş., ILIE, N. Micromechanical properties of veneer luting resins after curing through ceramics. **Clinic. Oral Invest.**, v. 16, n. 1, p. 139-146, 2012.
- PAGNIANO, R. P.; SEGHI, R. R.; ROSENSTIEL, S. F.; WANG, R.; KATSUBE, N. The effect of a layer of resin luting agent on the biaxial flexure strength of two all-ceramic systems. **J. Prosthet. Dent.**, v. 93, n. 5, p. 459-466, 2005.
- PAPADOGIANNIS, D., TOLIDIS, K., GERASIMOU, P., LAKES, R., PAPADOGIANNIS, Y. Viscoelastic properties, creep behavior and degree of conversion of bulk fill composite resins. **Dent. Mater.**, v. 31, n. 12, p. 1533-1541, 2015.
- PEUTZFELDT, A. Effect of the ultrasonic insertion technique on the seating of composite inlays. **Acta Odontol. Scand.**, v. 52, n. 1, p. 51-54, 1994.
- PEUTZFELDT, A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Europ. J. Oral Sci.**, v. 105, n. 2, p. 97-116, 1997.
- PROCHNOW, C., VENTURINI, A. B., GRASEL, R., BOTTINO, M. C., VALANDRO, L. F. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. **J. Biomed Mater. Res. B: Appl. Biomater.**, v. 105, n. 4, p. 885-891, 2016.
- PINCUS, C. R. Building mouth personality. **J. South. Calif. Dent. Assoc.**, v. 14, p. 125-129, 1938.
- QUINN, J. B., QUINN, G. D., KELLY, J. R., SCHERRER, S. S. Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures. **Dent. Mater.**, v. 21, n. 10, p. 920-929, 2005.
- RADZ, G. M. Minimum thickness anterior porcelain restorations. **Dent. Clin. Nort. Am.**, v. 55, n. 2, p. 353-370, 2011.
- RICKMAN, L. J., PADIPATVUTHIKUL, P., CHEE, B. Clinical applications of preheated hybrid resin composite. **Brit. Den. Jour.**, v. 211, n. 2, p. 63, 2011.
- RITTER, R. G. Multifunctional Uses of a Novel Ceramic-Lithium Disilicate. **J. Esthet. Restor. Dent.**, v. 22, n. 5, p. 332-341, 2010.
- ROSENSTIEL, S. F.; GUPTA, P. K.; VAN DER SLUYS, R. A.; ZIMMERMAN, M. H. Strength of a dental glass-ceramic after surface coating. **Dent. Mater.**, v. 9, n. 4, p. 274-279, 1993.
- SAMPAIO, C. S., BARBOSA, J. M., CÁCERES, E., RIGO, L. C., COELHO, P. G., BONFANTE, E. A., HIRATA, R. Volumetric shrinkage and film thickness of cementation materials for veneers: An in vitro 3D microcomputed tomography analysis. **J. Prosthet. Dent.**, v. 117, n. 6, p. 784-791, 2017.
- SANTOS, M. J., COSTA, M. D., RUBO, J. H., PEGORARO, L. F., SANTOS JR, G. C. Current all-ceramic systems in dentistry: a review. **Compend. Contin. Educ. Dent.**, v. 36, n. 1, p. 31-7, 2015.

SCHMIDLIN, P. R., ZEHNDER, M., SCHLUP-MITYKO, C., GÖHRING, T. N. Interface evaluation after manual and ultrasonic insertion of standardized class I inlays using composite resin materials of different viscosity. **Acta Odontol. Scand.**, v. 63, n. 4, p. 205-212, 2005.

SEN, N., US, Y. O. Mechanical and optical properties of monolithic CAD-CAM restorative materials. **J. Prosthet. Dent.**, v. 119, n. 4, p. 593-599, 2018.

SHIMADA, Y., YAMAGUCHI, S., TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent. Mater.**, v. 18, n. 5, p. 380-388, 2002.

SMITH DS, VANDEWALL KS, WHISLER G. Color stability of composite resin cements. **Gen Dent.**, v. 59, n. 5, p. 390-4, 2011.

SOARES, C. J.; MARTINS, L. R.; FONSECA, R. B.; CORRER-SOBRINHO, L.; FERNANDES NETO, A. J. Influence of cavity preparation design on fracture resistance of posterior Leucite-reinforced ceramic restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v. 95, n. 6, p. 421-429, 2006.

SOARES, P. V.; SANTOS-FILHO, P. C.; GOMIDE, H. A.; ARAUJO, C. A.; MARTINS, L. R.; SOARES, C. J. Influence of restorative technique on the biomechanical behavior of endodontically treated maxillary premolars. Part II: strain measurement and stress distribution. **J. Prosthet. Dent.**, v. 99, n. 2, p. 114-122, 2008.

SPAZZIN, A. O., GUARDA, G. B., OLIVEIRA-OGIARI, A., LEAL, F. B., CORRER-SOBRINHO, L., MORAES, R. R. Strengthening of porcelain provided by resin cements and flowable composites. **Oper. Dent.**, v. 41, n. 2, p. 179-188, 2016.

SPAZZIN, A. O., BACCHI, A., ALESSANDRETTI, R., SANTOS, M. B., BASSO, G. R., GRIGGS, J., MORAES, R. R. Ceramic strengthening by tuning the elastic moduli of resin-based luting agents. **Dent. Mater.**, v. 33, n. 3, p. 358-366, 2017.

SULAIMAN, T. A., DELGADO, A. J., DONOVAN, T. E. Survival rate of lithium disilicate restorations at 4 years: A retrospective study. **J. Prosthet. Dent.**, v. 114, n. 3, p. 364-366, 2015.

THURMOND, J. W., BARKMEIER, W. W., WILWERDING, T. M. Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, v. 72, n. 4, p. 355-359, 1994.

TRAINI, T., SINJARI, B., PASCETTA, R., SERAFINI, N., PERFETTI, G., TRISI, P., CAPUTI, S. The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material. **Dent. Mater. J.**, v. 35, n. 5, p. 748-755, 2016.

VAN MEERBEEK, B., PEUMANS, M., POITEVIN, A., MINE, A., VAN ENDE, A., NEVES, A., DE MUNCK, J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. **Dent. Mater.**, v. 26, n. 2, p. 100-121, 2010.

VICHI, A., CARRABBA, M., PARAVINA, R., FERRARI, M. Translucency of ceramic materials for CEREC CAD/CAM system. **J. of Esthet. Restor. Dentis.**, v. 26, n. 4, p. 224-231, 2014.

WATT, DC. Elastic modulus and viscoelastic relaxation. **J Dent** v. 1, n. 22, p. 154-8, 1994.

WATTS, D. C. ALNAZZAWI, A. Temperature-dependent polymerization shrinkage stress kinetics of resin-composites. **Dent. Mater.**, v. 30, n. 6, p. 654-660, 2014.

WAGNER, W. C., AKSU, M. N., NEME, A. L., LINGER, J., PINK, F. E., WALKER, S. (2008). Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. **Oper. Dent.**, v. 33, n. 1, p. 72-78, 2008.

WEIBULL, W. A statistical distribution function of wide applicability. **J. Appl. Mech.**, v. 18, n. 1, p. 293-297, 1951.

WILLARD, A., CHU, T. M. G. The science and application of IPS e. Max dental ceramic. **The Kaoh. J. Med. Sci.**, 2018.