



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DA SAÚDE**

FERNANDA MARIA DE CASTRO

**Efeito do preaquecimento de cimentos resinosos na resistência
de união de cerâmica à dentina**

**Goiânia
2014**

FERNANDA MARIA DE CASTRO

**Efeito do preaquecimento de cimentos resinosos na
resistência de união de cerâmica à dentina**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde da Universidade Federal de Goiás para obtenção do título de doutor.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Estrela
Co-orientador: Prof. Dr. João Batista de Souza

**Goiânia
2014**

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
GPT/BC/UFG**

C355e Castro, Fernanda Maria de
Efeito do preaquecimento de cimentos resinosos na resistência de união de cerâmica à dentina [manuscrito]/ Fernanda Maria de Castro. - 2014.
81 f. : figs, tabs.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Estrela
Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Goiás,
Faculdade de Medicina, 2014.

Bibliografia.

1. Adesivos dentários 2. Resinas dentárias 3. Porcelana dentária 4. Cimentos dentários I. Título.

CDU: 616.314-089.28

**Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde
da Universidade Federal de Goiás**

BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO

Aluna: Fernanda Maria de Castro

Orientador: Prof. Dr. Carlos Estrela

Co-Orientador: Prof. Dr. João Batista de Souza

Membros:

1. Prof. Dr. Carlos Estrela

2. Prof. Dr. Gersinei Carlos de Freitas

3. Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora

4. Prof. Dr. João Batista de Souza

5. Prof. Dr. Rogério Vieira Reges

OU

6. Profa. Dra. Luisa Isabel Taveira Rocha

7. Profa. Dra. Terezinha de Jesus Esteves Barata

Data: 21/02/2014

Dedico este trabalho...

Ao Luís,

Pelo amor e companheirismo de todas as horas, pelo carinho com que apoia todos os meus sonhos.

Aos queridos filhos:

Eduardo, que escolheu para sua vida esta bela profissão, pela imensa colaboração na execução deste trabalho.

Leonardo, momentaneamente longe, mas sempre presente em minha mente e no meu coração.

Agradeço o incentivo e a grande oportunidade de poder ser a “professora” de suas vidas!

AGRADECIMENTOS

À Deus por tudo que tenho conquistado na minha vida pessoal e profissional! Pela força interna que me faz lutar a cada dia para ser melhor!

Aos meus pais Leopoldo e Maria José, meus primeiros e mais importantes mestres!

À Faculdade de Odontologia, Faculdade de Medicina e Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás, por possibilitarem a integralização deste curso de pós-graduação.

Ao orientador, professor Carlos Estrela pela confiança, acolhimento e incentivo nesta etapa da minha vida profissional. Muito obrigada pela amizade e pelo exemplo de dedicação. Você é uma grande inspiração para uma geração de profissionais!!!

Ao co-orientador, professor João Batista de Souza que esteve comigo com sua amizade incondicional, em muitos momentos na correção meticulosa do trabalho, me indicando caminhos e me fazendo dar risadas nas horas difíceis. Você é um amigo para guardar do lado esquerdo do peito!!!

Ao professor Lawrence Gonzaga Lopes pelo auxílio na escolha do tema, orientação e acompanhamento em toda metodologia do estudo. Obrigada pela orientação e disponibilidade sempre!!!

À Ana Paula Magalhães pela colaboração com o experimento, sempre disposta a auxiliar no que fosse solicitada.

Aos professores Gersinei Carlos de Freitas, Ana Helena Gonçalves de Alencar e Érica Miranda de Torres pela valorosa contribuição no exame de qualificação, dispensando horas de seu tempo para as correções!!!

Aos colegas de trabalho da disciplina de Dentística da FO – UFG de hoje e aos que por aqui passaram pelo apoio constante e amizade!

Aos meus irmãos e irmãs pelo apoio e carinho sempre!!

À minha sogra Ana Fernandes pelo exemplo de serenidade!

À Renata e Pedro pela presença aos domingos suavizando as horas árduas de estudo.

À Helena pelos lanches saborosos e pelo zelo para com minha pessoa.

À todos da Vitae Odontologia, sempre ao meu lado constituindo para mim um grande apoio e incentivo à obtenção deste título.

Aos TPDs, Wilmar Porfírio e Fábio Mesquita, pelos serviços prestados.

Aos ex-alunos Lucas Raineri, Gustavo Chaves e Donizete Castro pelo auxílio de horas dispensadas ao experimento!!

SUMÁRIO

Figuras, quadros e tabelas	viii
Símbolos, siglas e abreviaturas.....	ix
Resumo	xi
Abstract	xiii
1. Introdução	1
2. Objetivos	4
2.1. Objetivo geral	4
2.2. Objetivos específicos	4
3. Material e métodos.....	5
3.1. Preparo das amostras.....	5
3.2. Divisão dos grupos de pesquisa	7
3.3. Preparo da superfície dentinária	9
3.4. Preparo da superfície do disco cerâmico.....	10
3.5. Cimentação dos discos cerâmicos à superfície dentinária.....	11
3.6. Obtenção dos espécimes para o teste de microtração	12
3.7. Ensaio mecânico de microtração	14
3.8. Análise do padrão de fratura	15
3.9. Tratamento e interpretação dos dados	16
4. Resultados	17
5. Discussão.....	20
6. Conclusões	27
Referências	28
Anexos	32
Anexo 1. Parecer consubstanciado do comitê de ética em pesquisa da universidade federal de goiás.....	32
Anexo 2. Normas de publicação do periódico	35
Anexo 3. Artigo.....	46

FIGURAS, QUADROS E TABELAS

Figura 1.	(A): Câmara pulpar preenchida com resina composta; (B) Superfície dentinária plana regularizada na Politriz e circundada por esmalte.....	7
Figura 2.	Distribuição dos grupos experimentais.....	8
Figura 3.	(A) Ácido fosfórico, (B) ativador, (C) primer e (D) catalisador aplicados à superfície dentinária.....	9
Figura 4.	(A) Disco cerâmico de IPS Empress Esthetic; (B) Ácido hidrofúorídrico, (C) silano e (D) catalisador aplicados ao disco cerâmico.....	10
Figura 5.	(A): Proporção do cimento resinoso RelyX ARC; (B) Cimento aplicado na superfície do disco cerâmico; (C) Peso de 1 kg sobre o conjunto dente/cimento/cerâmica; (D) Excessos de cimento resinoso sendo removidos com pincel.....	11
Figura 6.	(A) Esquema representativo da posição dos cortes a serem realizados no conjunto dente/cimento/cerâmica, para obter (B) espécimes de 1,0 mm ²	13
Figura 7.	Gráfico dos tipos de falha observados em cada grupo.....	19
Figura 8.	Imagens de MEV: falha adesiva - (A) cerâmica e (B) dentina, falha coesiva em cerâmica - (C) cerâmica e (D) dentina, falha mista - (E) cerâmica e (F) dentina (100X).....	19
Quadro 1.	Nome comercial, fabricante e composição dos materiais utilizados.....	8
Tabela 1.	Descrição do número de espécimes, válidos e perdidos de cada grupo.....	17
Tabela 2.	Médias e desvios padrão de RU (MPa) para os cimentos resinosos quando aquecidos ou não.....	18
Tabela 3.	Frequência de cada tipo de falha para cada cimento aquecido ou não.....	18

SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

HEMA	2-hidroxietil metacrilato
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
ANOVA	Análise de variância
A	Área
b	Base
Bis-GMA	Bisfenol-A-diglicidil metacrilato
BPO	Peróxido de benzoíla
BS	Bond strength
cm	Centímetro
DP	Desvio padrão
EUA	Estados Unidos da América
F	Força
g	Gramma
°C	Grau Celsius
h	Hora
ISO	International Organization Standardization
kg	Quilograma
kN	Quilonewton
MPa	Megapascal
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
μTBS	Microtensile bond strength test
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mm/min	Milímetro por minuto
mm ²	Milímetro quadrado
mW/cm ²	Miliwatts por centímetro quadrado
min	Minuto
N	Newton
α	Nível de significância
n	Número amostral
n.	Número

%	Porcentagem
RU	Resistência de união
rpm	Rotações por minuto
RDC	Resolução da Diretoria Colegiada
s	Segundo
μTBS	Teste de microtração para resistência de união
TEGDMA	Trietileno-glicol-dimetacrilato
p	Valor de probabilidade
X	Veze

RESUMO

Objetivos: avaliar a resistência de união (RU) entre uma cerâmica vítrea reforçada por leucita e a dentina com a utilização de cimentos resinosos convencional e autoadesivo, com e sem aquecimento, por meio do teste de microtração (μ TBS) e verificar o padrão de fratura. **Material e métodos:** vinte e quatro (24) terceiros molares humanos extraídos foram seccionados para remoção da porção radicular e do esmalte oclusal e aleatoriamente divididos em quatro (4) grupos. Vinte e quatro discos de cerâmica vítrea reforçada por leucita (IPS Empress Esthetic, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram obtidos e cimentados aos dentes seccionados, de acordo com as especificações do fabricante, obtendo-se quatro (4) grupos: GI – RelyX ARC (3M ESPE) + Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE); GII – RelyX ARC preaquecido 60°C + Scotchbond Multi-Purpose Plus; GIII – RelyX U200 (3M ESPE); GIV – RelyX U200 preaquecido 60°C. As amostras foram cortadas para obtenção de espécimes de 1,0 mm², armazenadas por 24 h em água destilada a 25±2°C e submetidas ao teste de microtração em máquina de ensaio universal. Cada parte do espécime foi analisada em microscópio estereoscópico (45X) para visualização e classificação do padrão de fratura. Foram realizadas fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura de um par representativo de cada tipo de fratura. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente por Análise de Variância (ANOVA) e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). **Resultados:** houve diferença estatisticamente significativa entre a RU dos cimentos RelyX ARC e U200 ($p<0,05$), com e sem aquecimento. Não houve diferença significativa entre a RU dos grupos GI (12,98 MPa) e GII (12,87 MPa) e entre GIII (6,81MPa) e GIV (8,58 MPa) ($p>0,05$). A falha adesiva foi o tipo de falha mais observado em todos os grupos, seguida pela falha mista e coesiva em cerâmica; nenhum grupo apresentou falhas coesivas em dentina. **Conclusão:** o preaquecimento dos cimentos resinosos a 60°C não influenciou significativamente na RU entre a dentina e a cerâmica para ambos os cimentos, sendo a RU do cimento resinoso convencional superior à RU do autoadesivo. O padrão de fratura mais observado foi a falha adesiva.

Descritores: Polimerização, Aquecimento, Cimentos de Resina, Porcelana Dentária, Adesivos Dentários.

ABSTRACT

Objectives: Evaluate bond strength (BS) between leucite glass ceramic and dentin when luted with conventional and self-adhesive resin cements, preheated or not, through a microtensile bond strength test (μ TBS) and examine the fracture mode. **Materials and Methods:** Twenty-four extracted human third molars were sectioned for the removal of the occlusal enamel and root portion, and randomly divided into four groups, with four teeth for each group. Twenty-four leucite glass ceramic discs (IPS Empress Esthetic, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) were obtained and luted to the teeth, following manufacturers instructions, divided in four (4) groups: GI – RelyX ARC (3M ESPE) + Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE); GII – RelyX ARC preheated 60°C + Scotchbond Multi-Purpose Plus; GIII – RelyX U200; GIV – RelyX U200 preheated 60°C. They were cut into 1 mm² specimens, stored in distilled water for 24hs at 25±2°C and submitted to the μ TBS in a universal testing machine. Each fragment of the specimen was analysed in stereoscopic microscope (45X) to classify the failure mode. SEM images of a representative pair of each failure mode were obtained. Data were statistically analysed with Variance Analysis (ANOVA) and Tukey ($\alpha=0.05$). **Results:** There were statistical significant differences on BS between the cements RelyX ARC and U200 ($p<0.05$) in both groups with and without heating. There were no significant differences on BS between groups GI (12.98 MPa) and GII (12.87 MPa) and between GIII (6.81 MPa) and GIV (8.58 MPa) for both cements tested ($p>0,05$). The most common failure mode observed in all groups was adhesive, followed by mixed and ceramic cohesive failure; no group presented dentin cohesive failure. **Conclusion:** Preheating of resin cements to 60°C did not enhance BS for both cements. BS for conventional resin cement was greater than self-adhesive resin cement. Adhesive failure was the most common failure mode.

Descriptors: Polymerization, Heating, Resin cements, Dental porcelain, Dental cements.

1. INTRODUÇÃO

A crescente demanda por tratamentos estéticos nos consultórios odontológicos tem sido responsável pelo aumento na utilização de restaurações indiretas à base de cerâmica, constituindo uma parte considerável na prática clínica do cirurgião-dentista, devido às suas qualidades estéticas e estruturais (LEITE *et al.*, 2008).

Diferentes tipos de sistemas cerâmicos estão disponíveis comercialmente. Estes variam de acordo com sua composição, podendo ser cerâmicas à base de alumina, de zircônia, de leucita ou de dissilicato de lítio e são selecionadas dependendo da indicação clínica, oferecendo uma grande variedade de aplicações (KINA e BRUGUERA, 2007).

As cerâmicas odontológicas têm melhorado significativamente em relação às propriedades mecânicas e estéticas, podendo ser utilizadas com resultados previsíveis (D'ARCANGELO *et al.*, 2009), além de apresentar vantagens como estabilidade de cor e resistência ao manchamento (PEUMANS *et al.*, 2000) e biocompatibilidade (ODÉN *et al.*, 1998). Entretanto, alguns desafios permanecem associados à porcelana. A razão principal para falhas dessas restaurações são as fraturas parciais, totais ou perdas causadas por falha adesiva na interface cerâmica/cimento adesivo (VAN DIJKEN, 2003).

O sucesso clínico das restaurações cerâmicas depende primariamente dos agentes cimentantes, que devem garantir uma adesão efetiva entre a restauração e a estrutura dentária (RADOVIC *et al.*, 2008; LEITE *et al.*, 2008; SANTOS JR *et al.*, 2009), bem como das propriedades do cimento, que são decisivas para a longevidade da restauração (OZTURK e AYKENT, 2003; GUESS *et al.*, 2009).

Cada passo dos procedimentos clínicos e laboratoriais pode ter um impacto nos resultados estéticos e na durabilidade das restaurações indiretas (D'ARCANGELO *et al.*, 2009), impondo ao cirurgião-dentista a necessidade de um conhecimento detalhado de todas as etapas, desde a escolha do sistema cerâmico até a do agente cimentante (LEITE *et al.*, 2008).

A adesão ao esmalte é um procedimento eficiente e bem estabelecido, proporcionando a formação de uma união micromecânica (RICKMAN e SATTERHWAITE, 2010), devido à composição altamente inorgânica desse substrato.

A adesão à dentina é menos confiável e mais complexa (D'ARCANGELO *et al.*, 2009; RICKMAN e SATTERHWAITE, 2010), pela característica composicional desse substrato, como: alto conteúdo orgânico, variações na estrutura tubular, presença e movimentação do fluido dos túbulos dentinários para o meio externo (PASHLEY *et al.*, 1995; PEUMANS *et al.*, 2000).

Dentre os materiais disponíveis no mercado para cimentação de restaurações indiretas, uma grande ênfase tem sido dada aos cimentos resinosos autoadesivos, devido à grande facilidade de manuseio e técnica menos sensível (VIOTTI *et al.*, 2009) quando comparados aos cimentos resinosos convencionais associados a um sistema adesivo com condicionamento prévio do esmalte e dentina com ácido fosfórico (DE MUNCK *et al.*, 2004, HIKITA *et al.*, 2007).

Em 2002, foi introduzido no mercado o primeiro cimento autoadesivo (RelyX Unicem, 3M ESPE), destinado à cimentação de restaurações estéticas indiretas e com o objetivo de reduzir a sensibilidade pós-cimentação pela simplificação da técnica de aplicação e eliminação da necessidade de pré-tratamento do dente com ácido (DE MUNCK *et al.*, 2004). Em seguida surgiu o cimento autoadesivo U100 (3M ESPE), que, recentemente, foi substituído pelo U200 (3M ESPE).

Dentro da perspectiva de busca de melhorias na resistência de união, vários estudos têm sido realizados com o objetivo de investigar o efeito da temperatura no mecanismo de união de materiais resinosos ao substrato dentário (COOK, 1992; COOK *et al.*, 1997; DARONCH *et al.*, 2005).

A temperatura na qual a polimerização ocorre afeta o processo de conversão e as propriedades do polímero (COOK *et al.*, 1997). O aumento na temperatura melhora tanto a mobilidade dos radicais livres quanto a dos monômeros, resultando em um aumento significativo no grau de conversão final (COOK, 1992) das resinas comerciais (DARONCH *et al.*, 2005).

Alguns estudos sugerem que existem benefícios em se reduzir a viscosidade das resinas compostas em função do aumento da temperatura antes de sua inserção na cavidade, podendo ter como resultado uma melhor adaptação marginal (LOVELL *et al.*, 1999; DARONCH *et al.*, 2006a; WAGNER *et al.*, 2008)

Outros estudos investigaram o efeito do preaquecimento de cimentos resinosos sobre a resistência de união e não obtiveram resultados conclusivos (CANTORO *et al.*, 2008; CANTORO *et al.*, 2009).

Assim, é importante avaliar o efeito do preaquecimento na RU dos cimentos resinosos, uma vez que poucas informações estão disponíveis na literatura. As hipóteses nulas desse trabalho são: (1) não existe diferença na RU entre cerâmica e dentina quando da cimentação com cimento autoadesivo ou convencional; (2) o preaquecimento de cimentos resinosos não influencia na RU entre cerâmica e dentina.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Avaliar a resistência de união (RU) entre uma cerâmica vítrea reforçada por leucita e a dentina quando da cimentação com diferentes cimentos resinosos preaquecidos ou não.

2.2. Objetivos específicos

- Verificar a resistência de união (RU) entre dentina e a cerâmica IPS Empress Esthetic, utilizando cimento resinoso convencional e cimento resinoso autoadesivo.
- Comparar a resistência de união (RU) entre dentina e a cerâmica IPS Empress Esthetic, quando do preaquecimento de cimentos resinosos convencional e autoadesivo.
- Verificar o padrão de fratura em função da cimentação da cerâmica IPS Empress Esthetic com cimentos resinosos convencional e autoadesivo, com e sem preaquecimento.

3. MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo foi desenvolvido no âmbito da Faculdade de Odontologia e Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás. Trata-se de um estudo laboratorial *ex vivo* onde utilizou-se 24 terceiros molares humanos e 24 discos cerâmicos, de acordo com ARIAS (2007), os quais foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos.

Avaliou-se a RU e o padrão de fratura entre cerâmica e dentina utilizando cimentos resinosos nas seguintes condições experimentais: Grupo I - RelyX ARC não aquecido; Grupo II - RelyX ARC preaquecido; Grupo III - RelyX U200 não aquecido; Grupo IV - RelyX U200 preaquecido.

Foram selecionados 24 terceiros molares humanos hígidos, livres de cárie e com ausência de defeitos ou trincas, com indicação prévia para exodontia, junto à disciplina de Estágio em Clínica Integrada da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás.

Esta pesquisa teve aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Goiás sob o número 305/10 (Anexo 1). A mesma teve como base as normas para testes de adesão em estrutura dentária da International Organization Standardization - ISO TS 11405 (2003) - bem como nas metodologias descritas nos trabalhos de ESCRIBANO e LA MACORRA (2006), CANTORO *et al.* (2008), CANTORO *et al.*, (2009) e VIOTTI *et al.* (2009).

3.1. Preparo das amostras

Após a exodontia, os terceiros molares foram submetidos à raspagem com cureta periodontal 13/14 (Hu-Friedy, Chicago, EUA), para remoção de resíduos de ligamento periodontal e em seguida, realizou-se profilaxia com escova tipo Robinson, com pasta de pedra pomes e água, em baixa rotação.

Sequencialmente, os dentes foram armazenados por não mais que 30 dias, a 4°C, em água deionizada, contendo Timol a 0,2% (Terapêutica

Pharmacia de Manipulação, Goiânia, Brasil), a fim de prevenir a desidratação e o crescimento bacteriano.

Os dentes foram seccionados por meio de um disco diamantado n. 11-4244 (Diamond Wafering Blade, Buehler Ltda, Lake Bluff, EUA) série 15HC, 4" X 0,012" [Diâmetro 104 milímetros (mm) X 0,3 mm Espessura], acoplado a uma máquina metalográfica para cortes seriados, ISOMET 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, EUA) sob constante irrigação com água destilada e em baixa velocidade [150 rotações por minuto (rpm)]. Foram feitos dois cortes perpendiculares ao eixo longitudinal do dente. Realizou-se, inicialmente, o corte do esmalte oclusal, 2 a 3 mm abaixo das cúspides e posteriormente o da porção radicular, acima da junção amelo-cementária. A superfície dental foi analisada com uma lupa, 4X de aumento (Pentax, Tokyo, Japão), para que fosse detectada a presença de esmalte remanescente, quando este estava presente um novo corte era realizado.

Em seguida, realizou-se a remoção do tecido pulpar com colher de dentina (SS White, Rio de Janeiro, Brasil) e o preenchimento da câmara pulpar com resina composta fotopolimerizável (Opallis, FGM, Joinville, Brasil, cor A2) (Figura 1A), para evitar a obtenção de espécimes com comprimentos inadequados para o teste de microtração. A câmara pulpar foi condicionada com ácido fosfórico 35% (Scotchbond Etchant, 3M ESPE, St. Paul, EUA) por 15 s, lavada com jato de água por 15 s e em seguida removeu-se o excesso de umidade. Foram aplicadas duas camadas finas do adesivo (Singlebond, 3M ESPE, St. Paul, EUA), secagem e fotopolimerização (Ratii Plus, SDI, São Paulo, Brasil) por 20 s, com potência de 1500 mW/cm², previamente aferida no radiômetro (Kerr Corporation, Orange, EUA) e preenchimento da câmara pulpar com resina composta até o nivelamento.

Para regularizar a superfície dentinária utilizou-se uma Politriz manual Aropol S (Arotec, Cotia, Brasil) com lixas de carbureto de silício nas granulações 320 e 600 (Norton, São Paulo, Brasil), sob refrigeração com água destilada. Após a regularização a superfície dentinária apresentava-se plana e circundada por esmalte (Figura 1B).

Em seguida, realizou-se a limpeza da superfície dentinária com jatos de ar/água utilizando uma seringa tríplice. As amostras foram armazenadas

por 24 horas (h) em água deionizada e mantidas à temperatura ambiente ($25\pm 2^{\circ}\text{C}$).



Figura 1. (A): Câmara pulpar preenchida com resina composta; (B) Superfície dentinária plana regularizada na Politriz e circundada por esmalte.

Vinte e quatro discos de cerâmica vitrificada à base de leucita IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent; cor ETC1, Schaan, Liechtenstein, Lote: P65032), com 10 mm de diâmetro por 3 mm de espessura foram obtidos (Figura 4A) pela técnica da cera perdida e injeção em forno apropriado (Programat EP 5000, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

O desgaste da superfície dos discos de cerâmica a ser aderida ao dente foi padronizado com lixas de granulação 220, 360 e 600, em máquina Politriz manual Aropol S (Arotec, Cotia, SP, Brasil), por aproximadamente 10 min em cada granulação. Em seguida, os mesmos foram jateados com jato de óxido de alumínio (Jateador Basic Master 2948-2025, Renfert, Hilzingen, Alemanha) e lavados por 10 min em banho ultrassônico (Ultrasonic Cleaner, JP 4820, Skymen, Guandong, China) com água destilada.

3.2. Divisão dos grupos de pesquisa

As amostras foram divididas aleatoriamente em quatro grupos (Figura 2). Os discos cerâmicos foram cimentados na superfície dentinária de acordo com cada grupo, seguindo as recomendações dos fabricantes.

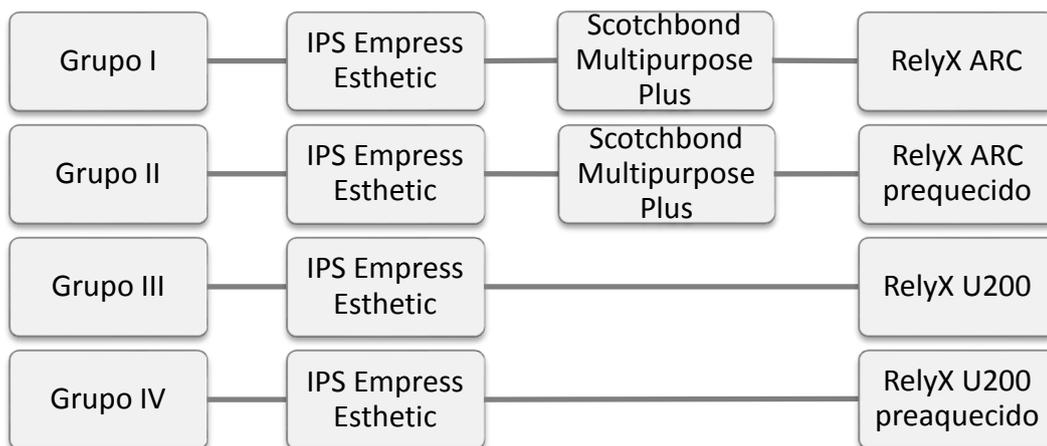


Figura 2. Distribuição dos grupos experimentais.

Os materiais utilizados em cada grupo de estudo, suas composições e fabricantes estão apresentados no Quadro 1.

Quadro 1. Nome comercial, composição e fabricante dos materiais utilizados

Material	Composição	Fabricante
IPS Empress Esthetic (Lote: P65032)	Fase vítrea: SiO ₂ , K ₂ O, Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, CaO, B ₂ O ₃ , TiO ₂ , CeO ₂ , pigmentos. Fase cristalina: leucita	Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein
RelyX ARC (Lote: N47405)	Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônia e sílica, pigmentos, amina, fotoiniciador, peróxido de benzoíla	3M ESPE, St. Paul, EUA
RelyX U200 (Lote: 522958)	Monômeros de metacrilato com grupos de ác. fosfórico, metacrilato, partículas silanizadas e alcalinas, iniciadores, estabilizantes, aditivos reológicos, pigmentos	
ScotchBond Multi-Purpose Plus	Ácido fosfórico 37% (Lote: 1307100848); Ativador: solução de etanol de um sal de ácido sulfínico e fotoiniciador (Lote: N375291); Primer: solução aquosa de HEMA e copolímero de ácido polialquenoico (Lote: N478117); Catalisador: Bis-GMA, HEMA e BPO (Lote: N471775)	

3.3. Preparo da superfície dentinária

O sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose Plus foi utilizado no pré-tratamento da superfície dentinária nos grupos em que se utilizou o cimento resinoso convencional (RelyX ARC), GI e GII. Inicialmente aplicou-se o ácido fosfórico a 37% (Scotchbond Etchant, 3M ESPE, St. Paul, EUA) por 15 s (Figura 3A), seguido de lavagem abundante por 30 s com jato de água e remoção do excesso de umidade com papel absorvente. A superfície condicionada recebeu a aplicação do ativador Adapter Scotchbond Multi-Purpose Plus - 1,5 (3M ESPE) com pontas aplicadoras por 20 s (Figura 3B), seguido da aplicação de duas camadas de primer Adapter Scotchbond Multi-Purpose Plus - 2 (3M ESPE) por 10 s cada (Figura 3C) e de catalisador Adapter Scotchbond Multi-Purpose Plus- 3,5 (3M ESPE) por 10 s (Figura 3D), finalizando com jatos de ar por 10 s a aproximadamente 5 cm de distância do substrato.

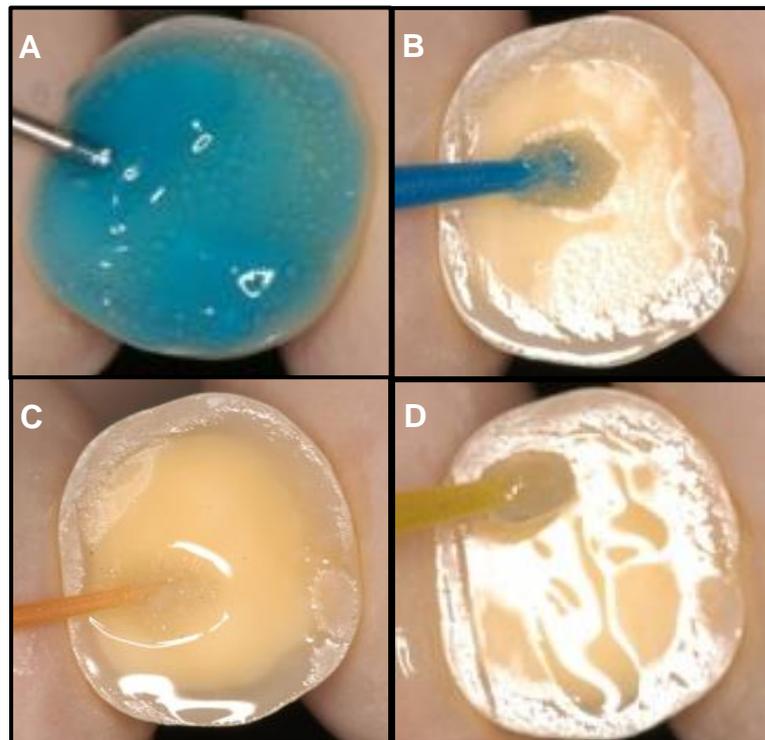


Figura 3. (A) Ácido fosfórico, (B) ativador, (C) primer e (D) catalisador aplicados à superfície dentinária.

3.4. Preparo da superfície do disco cerâmico

O pré-tratamento da superfície de cada disco cerâmico a ser cimentado foi iniciado pela aplicação de ácido hidrofúorídrico (HF) a 10% (Dentsply, Petrópolis, Brasil) por 1 min (Figura 4A e B), seguido de lavagem abundante com jatos de água por 20 s e secagem com jato de ar. O agente silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent) foi aplicado com pincel descartável (Cavibrush, FGM, Joinville, Brasil) por 1 min e seco suavemente com jato de ar isento de óleo a 5 cm de distância (Figura 4C). Em seguida, foi aplicado o catalisador sobre a cerâmica com pincel descartável (Cavibrush, FGM, Joinville, Brasil) (Figura 4D). Nos grupos GIII e GIV não foi aplicado catalisador, obedecendo a recomendação do fabricante.

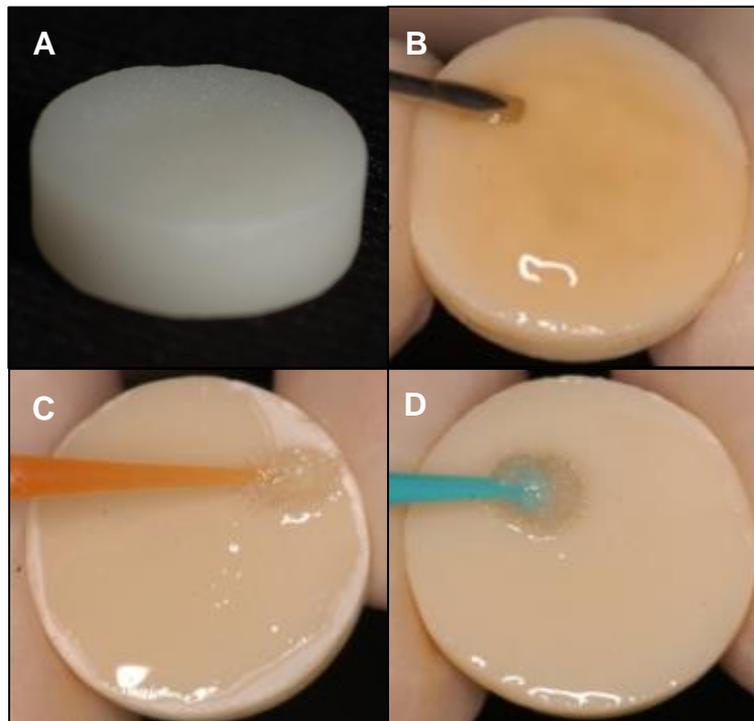


Figura 4. (A) Disco cerâmico de IPS Empress Esthetic; (B) Ácido hidrofúorídrico, (C) silano e (D) catalisador aplicados ao disco cerâmico.

3.5. Cimentação dos discos cerâmicos à superfície dentinária

- Grupo I

Para cimentação dos discos cerâmicos do grupo I, o cimento resinoso RelyX ARC (3M ESPE) foi dispensado em porções iguais da pasta base e catalisadora sobre a placa de manipulação (Figura 5A). Foram manipuladas a pasta base e catalisadora por 10 s com espátula metálica n. 24 (Duflex, Rio de Janeiro, Brasil) com movimentos circulares e a mistura foi aplicada na superfície do disco (Figura 5B). O assentamento do disco cerâmico foi realizado sob pressão correspondente à um quilograma (kg) (Figura 5C), para que todos recebessem a mesma pressão no momento da cimentação. Os excessos de cimento foram removidos com pincel (Figura 5D).

A fotopolimerização foi realizada em todas as faces do conjunto com o peso de 1kg em posição, por 40 s em cada face. Após a remoção do peso a fotopolimerização foi complementada através do disco de cerâmica por 40 s (Radii Plus, SDI, São Paulo, Brasil, 1500 mW/cm²).

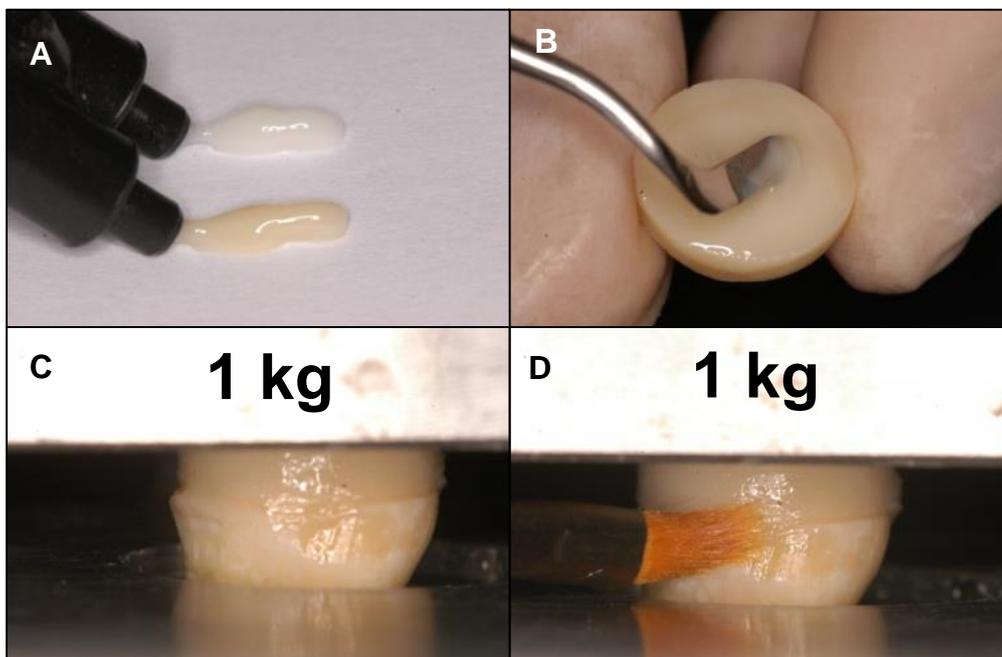


Figura 5. (A): Proporção do cimento resinoso RelyX ARC; (B) Cimento aplicado na superfície do disco cerâmico; (C) Peso de 1 kg sobre o conjunto dente/cimento/cerâmica; (D) Excessos de cimento resinoso sendo removidos com pincel.

- Grupo II

Para o grupo II, com preaquecimento, as duas pastas do RelyX ARC foram colocadas na superfície de um bloco de papel específico para espatulação e aquecidos em estufa (Estufa Microprocessada para esterilização e Secagem, Sterilifer, Diadema, Brasil) por 5 min a 60°C controlados por meio de termômetro com coluna em mercúrio (Incoterm, Porto Alegre, Brasil). Em seguida, foram removidos da estufa, manipulados com espátula n. 24 e aplicados aos discos cerâmicos. A cimentação do disco cerâmico e a fotopolimerização foram realizadas da mesma forma descrita para o grupo I.

- Grupo III

Para a cimentação dos discos cerâmicos do grupo III, o RelyX U200 (3M ESPE) foi dispensado sobre a placa de manipulação, pasta base e catalisadora as quais foram manipuladas com movimentos circulares por 20 s com espátula metálica n. 24 (Duflex, SSWHITE, Rio de Janeiro, Brasil) e aplicadas sobre o disco cerâmico. A cimentação e fotopolimerização foram realizadas da mesma forma descrita para o grupo I.

- Grupo IV

Para o grupo IV, com RelyX U200 (3M ESPE) preaquecido, o preaquecimento se deu da mesma forma descrita para o grupo II e a cimentação do disco cerâmico e fotopolimerização foram realizadas da mesma forma descrita para o grupo I.

3.6. Obtenção dos espécimes para o teste de microtração

Após a cimentação, as amostras do conjunto dente/cimento/cerâmica foram armazenadas em água deionizada e mantidas a temperatura ambiente ($25\pm 2^\circ\text{C}$) durante 24 h.

As amostras foram retiradas individualmente, fixadas com godiva de baixa fusão (Kerr, Americana, Brasil) em um suporte de acrílico acoplado à máquina ISOMET 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, EUA) para secção, sob

constante irrigação, a uma velocidade programada de 350 rpm e com carga de 250 g. A espessura do disco diamantado, aproximadamente 0,3 mm, foi considerada. Assim sendo, cada corte foi realizado respeitando uma distância de 1,3 mm entre eles, com o objetivo de se obter cortes com aproximadamente 1,0 mm de espessura.

Inicialmente os cortes foram realizados paralelamente ao longo eixo do conjunto dente/cimento/cerâmica, iniciando-se junto a uma das superfícies, tendo cuidado para não separar totalmente os mesmos. Em seguida, realizou-se novos cortes, perpendiculares aos primeiros e paralelos ao longo eixo do conjunto (Figura 6A).

Para a individualização dos espécimes, realizou-se um corte na estrutura dental, abaixo da junção amelo-cementária, com auxílio de um disco de diamante dupla face n. 7020 (KG Sorensen, Barueri, Brasil), montado em mandril e em baixa rotação. Deste modo, foram obtidos espécimes com secção transversal de aproximadamente 1,0 mm² (Figura 6B). Os espécimes formados pela união entre cerâmica, cimento resinoso e esmalte dentário, bem como aqueles danificados durante o corte na cortadeira metalográfica, foram excluídos.

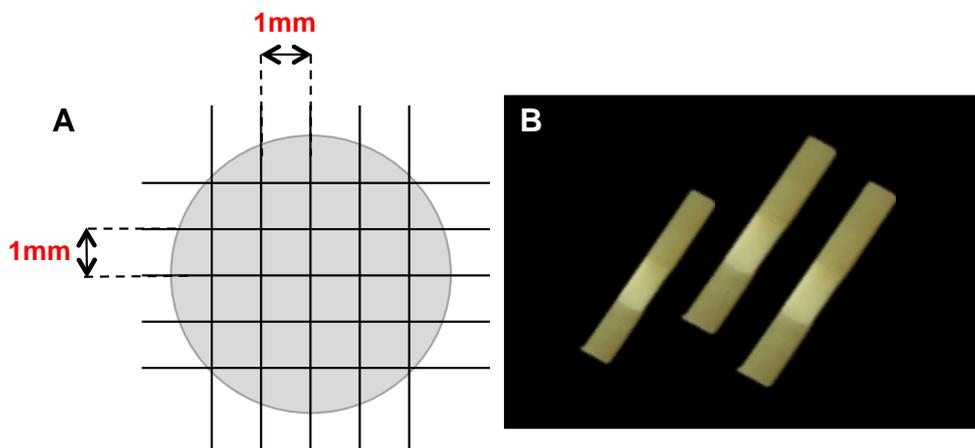


Figura 6. (A) Esquema representativo da posição dos cortes a serem realizados no conjunto dente/cimento/cerâmica, para obter (B) espécimes de 1,0 mm².

O número de espécimes obtidos para cada grupo foi: GI - 135, GII - 151, GIII - 101 e GIV - 103.

Os espécimes obtidos foram armazenados em microtubos (Eppendorf, São Paulo, Brasil) contendo 1 mililitro (mL) de água deionizada

e mantidos a temperatura ambiente ($25\pm 2^{\circ}\text{C}$) durante 24 h. Após este período, os espécimes foram retirados dos microtubos com pinça clínica, secos em papel absorvente, sendo a base e a altura de cada espécime aferidos com auxílio de um paquímetro digital universal (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Tokyo, Japão), para obtenção da área de secção transversal, e identificados de acordo com o grupo. A área de secção transversal foi calculada pela seguinte fórmula matemática, com o valor expresso em mm^2 :

$$A = b \cdot h$$

A: área de secção transversal, b: base e h: altura.

3.7. Ensaio mecânico de microtração

O ensaio mecânico de microtração foi realizado com a utilização de um dispositivo acoplado à máquina de ensaio universal Instron (Modelo 5945, Instron, Barueri, Brasil). O dispositivo de microtração é composto por duas partes: uma base metálica, localizada na parte inferior, que se apresenta fixada por parafusos à máquina de ensaio, e uma parte superior fixada, na sua extremidade superior, à célula de carga de 2 quilonewtons (kN).

Para a realização do ensaio, os espécimes foram individualmente retirados com uma pinça e fixados pelas suas extremidades ao dispositivo de microtração com um adesivo instantâneo a base de cianoacrilato, Super Bonder Gel (Henkel Loctite Adesivos Ltda, Itapevi, Brasil), de forma a posicionar a interface adesiva do espécime, perpendicularmente, ao longo eixo da força de tração.

Após a fixação do espécime no dispositivo da máquina universal, o ensaio foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. O ensaio foi monitorado por um programa de computador (Bluehill Software, Barueri, Brasil) interligado à célula de carga na máquina de ensaio. No momento da fratura, o movimento foi interrompido imediatamente e os valores da força registrados, em Newtons (N), e visualizados no monitor do computador. Os dados foram registrados em uma ficha para posterior cálculo da RU em MPa.

Os valores da RU foram obtidos pela seguinte fórmula e expressos em MPa:

$$RU = \frac{F(N)}{A} \quad \text{Onde, F: força e A: área}$$

Os espécimes que se danificaram na colagem ou durante o manuseio no ensaio foram considerados perdidos.

Após o teste de microtração, os fragmentos do espécime fraturado foram cuidadosamente removidos do dispositivo com o auxílio de uma pinça clínica e espátula de Lecron. Os fragmentos foram armazenados em microtubos contendo água deionizada e com identificação correspondente aos respectivos grupos, para posterior análise do padrão de fratura.

3.8. Análise do padrão de fratura

Após o teste de microtração, os fragmentos de cada espécime foram analisados em microscópio estereoscópico (2040-S Millennium, Zeigen, Cidade do México, México) com aumento de 45X, para visualização e classificação do tipo de falha: adesiva (falha na interface adesiva dentina/cimento/cerâmica), coesiva em dentina (falha em dentina), coesiva em cerâmica (falha em cerâmica) e mista (combinação entre falha adesiva e falha coesiva) (LEE *et al.*, 2013).

Para a análise do padrão de fratura, três examinadores foram previamente calibrados. Ambas as partes do espécime fraturado foram analisadas por dois examinadores e o tipo de falha de cada espécime classificado. Nos casos de discordância entre os dois primeiros examinadores, o terceiro era requisitado até se obter o consenso.

Entre os espécimes testados, um par representativo de cada padrão de fratura em todos os grupos de estudo foi separado para fotomicrografias empregando Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), (Jeol, JSM – 6610, São Paulo, Brasil). Os espécimes foram armazenados em estufa com sílica (24 h, 37°C) por 5 dias para desidratação, e então montados em *stubs*

metálicos, metalizados com ouro-paládio por 3 min, sendo em seguida examinados em MEV.

3.9. Tratamento e interpretação dos dados

Devido à distribuição normal dos dados (Kolmogorov-Smirnov) e homogeneidade das variâncias (Teste de Levene), para verificar o efeito das diferentes variáveis nos valores de RU, foi utilizada Análise de Variância (ANOVA) e para as comparações múltiplas o teste de Tukey. As análises foram realizadas no programa IBM SPSS Statistics 19.0 for Windows (SPSS Inc., Chicago, EUA). Foi adotado um nível de significância de 5% ($\alpha=0,05$).

4. RESULTADOS

Os resultados obtidos estão descritos nas Tabelas 1, 2 e 3 e ilustrados na Figura 7.

O número de espécimes válidos e perdidos está descrito na Tabela 1. Para os grupos dos cimentos aquecidos, o número de espécimes perdidos foi numericamente menor do que para o mesmo cimento quando sem aquecimento. No grupo do cimento RelyX U200, sem aquecimento, foi observado maior perda de espécimes, com menos de 50% dos espécimes válidos. Entretanto, com o aquecimento, o grupo do RelyX U200 gerou menor perda de espécimes do que o grupo do RelyX ARC.

Tabela 1. Descrição do número de espécimes, válidos e perdidos de cada grupo

Grupo	Aquecimento	Válidos		Perdidos		Total	
		n.	%	n.	%	n	%
GI	Não	84	62,2	51	37,8	135	100
GII	Sim	111	63,5	40	26,5	151	100
GIII	Não	48	47,5	53	52,5	101	100
GIV	Sim	81	78,6	22	21,4	103	100

Os resultados encontrados para RU foram descritos pelos parâmetros de média e desvio padrão, os quais estão demonstrados na Tabela 2. Houve diferença estatística significativa entre os grupos dos cimentos RelyX ARC (GI e GII) e RelyX U200 (GIII e GIV) ($p < 0,05$), sendo os valores de RU obtidos com o cimento RelyX ARC maiores do que os obtidos com o cimento RelyX U200, em ambos os grupos: aquecidos e sem aquecimento ($p < 0,05$). Tanto para o RelyX ARC quanto para o RelyX U200, não houve diferença estatística significativa entre os grupos preaquecido e não aquecido ($p > 0,05$).

Tabela 2. Médias e desvios padrão de RU (MPa) para os cimentos resinosos quando aquecidos ou não

Grupo	Aquecimento	Resistência de união (MPa)
		Média (DP)
GI	Não	12,98 (6,93) ^A
GII	Sim	12,87 (6,37) ^A
GIII	Não	6,81 (4,24) ^B
GIV	Sim	8,58 (4,15) ^B

Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$).

O padrão de fratura mais observado para todos os grupos foi a falha adesiva, seguida pela falha mista e pela coesiva em cerâmica. Nenhum grupo apresentou falhas coesivas em dentina. O RelyX ARC sem aquecimento foi o grupo com maior proporção de falhas adesivas, seguido pelo U200 sem aquecimento. O grupo RelyX U200 aquecido teve uma menor proporção de falhas adesivas em relação aos demais, foi o grupo que mais apresentou falhas mistas e coesivas em cerâmica. A frequência dos diferentes tipos de falha está apresentada na Tabela 3 e ilustrada na Figura 7.

Tabela 3. Frequência de cada tipo de falha para cada cimento aquecido ou não

Grupo	Aquecimento	Adesiva	Coesiva em dentina	Coesiva em cerâmica	Mista
GI	Não	87,7%	0	9,8%	2,5%
GII	Sim	72,9%	0	9,1%	18,0%
GIII	Não	81,2%	0	8,3%	10,5%
GIV	Sim	58,0%	0	17,3%	24,7%

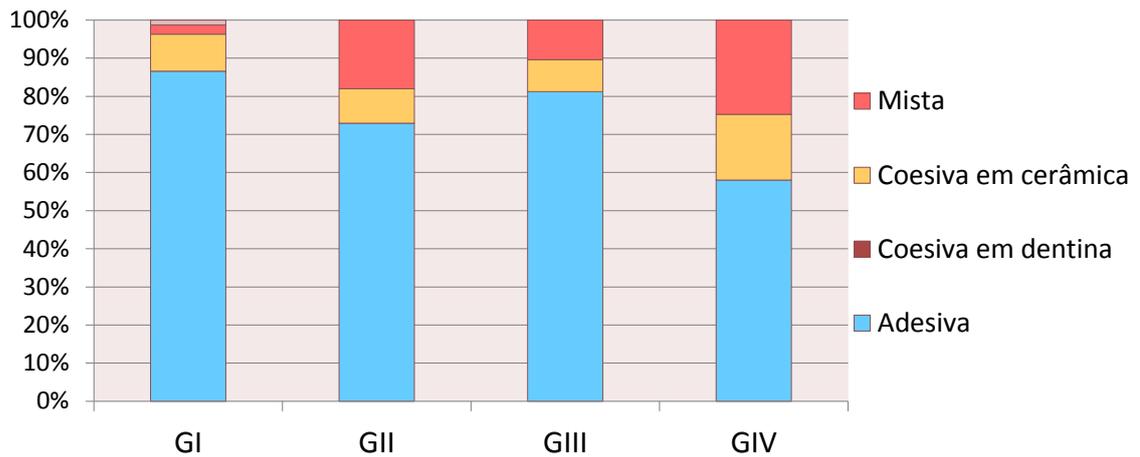


Figura 7. Gráfico dos tipos de falha observados em cada grupo.

As imagens obtidas da análise em MEV estão representadas na Figura 8, sendo A e B exemplos de falha adesiva, tipo de falha mais predominante neste estudo, C e D exemplos de falha coesiva em cerâmica e E e F exemplos de falha mista.

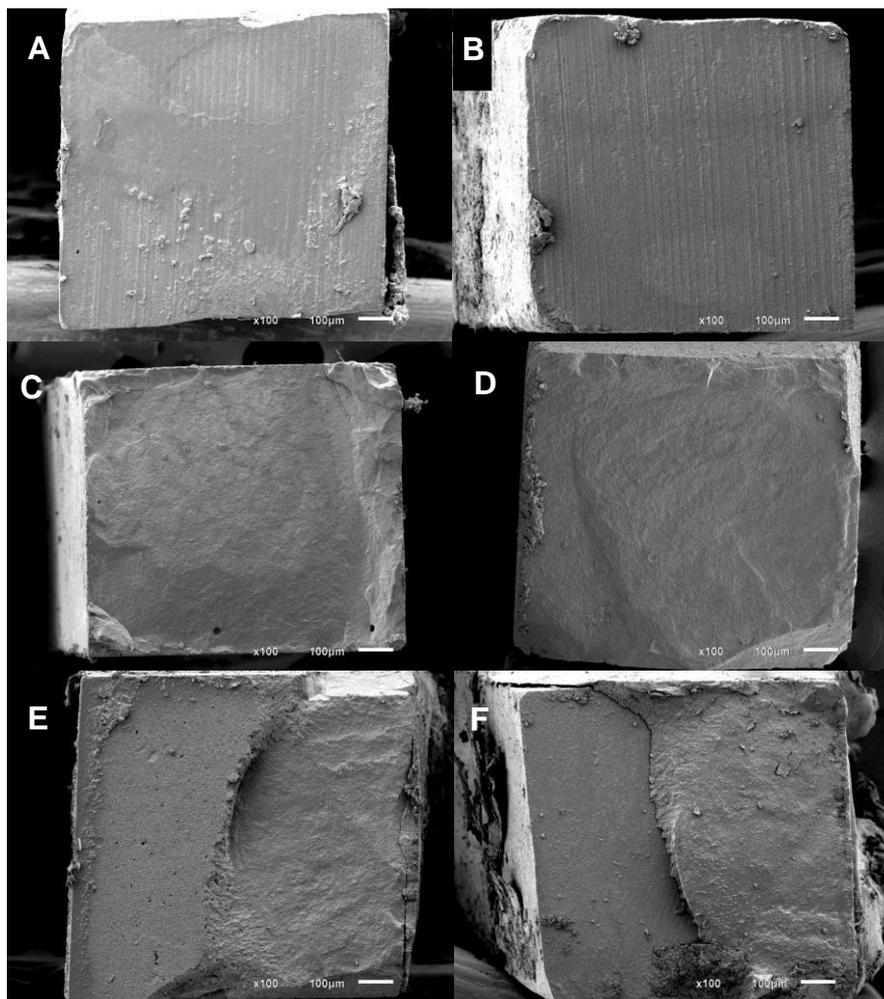


Figura 8. Imagens de MEV: falha adesiva - (A) cerâmica e (B) dentina, falha coesiva em cerâmica - (C) cerâmica e (D) dentina, falha mista - (E) cerâmica e (F) dentina (100X).

5. DISCUSSÃO

A principal função do agente cimentante é preencher o espaço entre a superfície interna da restauração indireta e a estrutura dentária e, conseqüentemente, fixar mecânica e/ou quimicamente a restauração na superfície dentária preparada para prevenir o deslocamento durante a função clínica (HILL e LOTT, 2011).

Os cimentos resinosos são, dentre os materiais para cimentação, os que mais evoluíram nos últimos anos devido aos grandes avanços em tecnologia e pesquisa. A utilização destes cimentos tem sido encorajada para restaurações de cerâmica devido a sua baixa solubilidade, boa estética e alta RU (SANTOS JR *et al.*, 2009).

Os cimentos resinosos testados possuem diferentes composições e técnicas de utilização: RelyX ARC, cimento convencional de dupla polimerização, utilizado em combinação com o sistema adesivo de três passos Scotchbond Multi-Purpose Plus, e o RelyX U200, cimento autoadesivo de dupla polimerização, que dispensa o tratamento da superfície dentária com ácido, *primer* ou algum agente que auxilie na união (MEDINA-VALDIVIA, 2011).

A primeira hipótese nula foi rejeitada, pois observou-se uma diferença estatisticamente significativa na RU entre o RelyX ARC e o RelyX U200, sendo os valores de RU obtidos com o cimento RelyX ARC maiores, GI (12,98 MPa) e GII (12,87 MPa), do que aqueles obtidos com o RelyX U200, GIII (6,81 MPa) e GIV (8,58 MPa). Estes resultados estão em concordância com os trabalhos de DE MUNCK *et al.* (2004), VIOTTI *et al.* (2006) e CANTORO *et al.* (2009).

Os baixos valores de RU registrados para cimentos autoadesivos são, provavelmente, relacionados à limitada capacidade para desmineralizar e infiltrar o substrato dentinário (DE MUNCK *et al.*, 2004; GORACCI *et al.*, 2006).

Na técnica para a utilização do RelyX ARC, realizou-se o condicionamento total e, conseqüentemente, ocorreu a remoção de *smear-*

layer com vistas à formação de camada híbrida. Por outro lado, na cimentação com RelyX U200 esta formação de camada híbrida é insignificante. Sabe-se que a formação da camada híbrida na superfície dentinária é de grande importância para a RU. Portanto a menor RU para os cimentos autoadesivos em comparação aos cimentos convencionais pode ser justificada pela ausência da formação da camada híbrida (DE MUNCK *et al.*, 2004; GORACCI *et al.*, 2006).

O pH é um dos fatores que pode explicar a ausência de formação da camada híbrida, segundo HAN *et al.* (2007), os quais observaram que 48 horas após a polimerização, dentre vários cimentos autoadesivos, apenas o RelyX Unicem apresentou pH neutro (7,0), não mantendo o pH inicial (2,0), o que pode influenciar negativamente a RU. Apesar do baixo pH inicial (menor que 2,0 no primeiro minuto, de acordo com fabricante) e a maior viscosidade dos cimentos autoadesivos, se comparada aos cimentos convencionais, quase nenhuma desmineralização acontece, o que pode explicar a não formação de camada híbrida e consequentes baixos valores de RU (HAN *et al.*, 2007).

A introdução das técnicas de condicionamento ácido total tem alcançado a meta de adesão para esmalte e dentina simultaneamente (KIREMITÇI *et al.*, 2004).

Na técnica de cimentação convencional em que o sistema de condicionamento total é utilizado, realiza-se a remoção de *smear-layer* por meio do condicionamento ácido da dentina com ácido fosfórico à 37%, promovendo a desmineralização da camada de dentina mais superficial. Após a aplicação do *primer* e adesivo dentário, os quais infiltram nos espaços entre as fibrilas de colágeno, a camada híbrida é formada na dentina intertubular, bem como os *tags* de resina no interior dos túbulos dentinários (PASHLEY e CARVALHO, 1997).

Os cimentos adesivos de dupla polimerização são indicados para *inlays*, *onlays* e coroas, e têm como vantagem o controle do tempo de trabalho e auxílio na polimerização das áreas que não são acessíveis à luz. Eles contêm um peróxido e uma amina, responsáveis pela polimerização química e a canforaquinona responsável pela iniciação da reação ativada pela luz (SANTOS JR *et al.*, 2009, LOPES *et al.*, 2012).

Também foram lançados no mercado os cimentos resinosos autocondicionantes, cuja formulação não contém monômeros ácidos suficientes para penetrar através da *smear-layer* no substrato dentinário. Este fato levou os clínicos a abandonarem a abordagem autocondicionante e empregar sistemas adesivos baseados no conceito de condicionamento total (CEKIC *et al.*, 2007).

O sistema autoadesivo ganhou popularidade, pois consiste em uma técnica mais simplificada e menos sensível quando comparada aos sistemas convencionais, pois elimina fatores como excesso de condicionamento ácido, excesso de secagem da dentina e excesso de umidade (KIREMITÇI *et al.*, 2004).

O primeiro cimento autoadesivo que surgiu no mercado foi o RelyX Unicem. Em seguida o RelyX U100, o qual foi substituído pelo RelyX U200, que se apresenta com menor viscosidade. De acordo com o fabricante a única diferença existente entre o RelyX Unicem e o RelyX U100 é o sistema em que é dispensado. Enquanto o primeiro requer um ativador, triturador e aplicador, o segundo pode ser misturado manualmente. VIOTTI *et al.* (2009), verificaram a RU utilizando vários cimentos resinosos autoadesivos, não sendo observadas diferenças estatisticamente significantes com relação à RU entre o RelyX Unicem e o RelyX U100.

Sistemas autoadesivos têm sido desenvolvidos com o aumento na concentração de monômeros resinosos acídicos e a combinação dos mesmos com o HEMA (2-hidroxietyl metacrilato) (REIS *et al.*, 2005).

Estudos comprovam uma menor RU para os cimentos resinosos autoadesivos quando comparados com os convencionais (DE MUNCK *et al.*, 2004; VIOTTI *et al.*, 2009; CANTORO *et al.*, 2009), corroborando dessa forma com os resultados do presente estudo.

No estudo de BEHR *et al.* (2004), em imagens obtidas com microscopia de eletrotransmissão, não houve formação de camada híbrida na interface dentinária, quando o cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem foi utilizado. Este fato também foi observado por DE MUNCK *et al.* (2004) que indicaram que o RelyX Unicem deve sempre ser aplicado com alguma pressão para melhorar a sua acomodação e adaptação às paredes cavitárias, pois o mesmo interage apenas superficialmente com a dentina e

esmalte sem nenhuma formação da camada híbrida (DE MUNCK *et al.*, 2004; GERTH *et al.*, 2006; GORACCI *et al.*, 2006).

Diversos estudos têm sido conduzidos buscando avaliar e melhorar a RU de cimentos resinosos (DE MUNCK *et al.*, 2004; ESCRIBANO e LA MACORRA, 2006; CEKIC *et al.*, 2007; HIKITA *et al.*, 2007; D'ARCANGELO *et al.*, 2009; VIOTTI *et al.*, 2009). Com isto, alguns estudos têm procurado explicar a relação entre o preaquecimento e a RU destes materiais (CANTORO *et al.*, 2008; CANTORO *et al.*, 2009).

O preaquecimento dos cimentos resinosos a 60°C foi realizado com o objetivo de reduzir a viscosidade dos mesmos (CANTORO *et al.*, 2008; CANTORO *et al.*, 2009) vislumbrando uma melhor adaptação ao substrato dentário, e melhoria no mecanismo de adesão por meio de reações químicas e interações físicas (CANTORO *et al.*, 2008). A reação de polimerização é dependente da temperatura, visto que o grau de conversão dos monômeros aumenta com aumento da temperatura (DEB *et al.*, 2011).

No presente estudo, a segunda hipótese nula foi aceita, uma vez que não houve diferença estatisticamente significativa com relação à RU entre o grupo preaquecido a 60°C e o grupo não aquecido tanto para o RelyX ARC quanto para o RelyX U200.

O preaquecimento de resina composta melhora sua viscosidade, devido ao aumento de energia térmica que resulta em uma maior movimentação molecular da cadeia monomérica dos compostos resinosos, bem como em um aumento na frequência de colisão (DARONCH *et al.*, 2006b; DEB *et al.*, 2011).

O preaquecimento pode aumentar significativamente a conversão do monômero acima dos níveis vistos com os métodos correntes (DEB *et al.*, 2011), possivelmente melhorando as propriedades da restauração de resinas compostas (DARONCH *et al.*, 2005; DARONCH *et al.*, 2006b). Um aumento na conversão afeta positivamente as propriedades físicas e mecânicas do polímero, como: dureza superficial, módulo e resistência flexural, resistência à fratura, resistência à tração diametral e resistência ao desgaste (LOVELL *et al.*, 2001; DARONCH *et al.*, 2005).

Ao diminuir a viscosidade e aumentar a fluidez de resinas compostas pelo preaquecimento, DARONCH *et al.* (2006b) concluíram que esta

condição pode melhorar a capacidade de adaptação do compósito às paredes do preparo cavitário, resultado esse corroborado pelo estudo de WAGNER *et al.* (2008). O aumento da temperatura acelera reações químicas aumentando o grau de conversão dos monômeros com menor tempo de foto-ativação (DEB *et al.*, 2011).

De acordo com CANTORO *et al.* (2008), o preaquecimento a 60°C do cimento resinoso Panavia F 2.0 resultou em um aumento da RU quando comparado aos grupos preparados em temperaturas inferiores a 60°C – 4°C, 24°C e 37°C. Este aumento é explicado pela melhor adaptação marginal devido ao aumento de viscosidade (DARONCH *et al.*, 2006a; CANTORO *et al.*, 2008) e à otimização da cinética da polimerização (LOVELL *et al.*, 1999; DARONCH *et al.*, 2006b; CANTORO *et al.*, 2008).

Por outro lado, em um estudo no qual as resinas compostas eram aquecidas, observou-se que conforme a resina composta era removida do aquecedor para ser levada à cavidade bucal, a temperatura da resina ia diminuindo exponencialmente e quando a resina composta preaquecida entrava em contato com o dente, que estava a uma temperatura mais baixa, ocorria um resfriamento do material para alcançar um equilíbrio térmico com as estruturas dentárias adjacentes (DARONCH *et al.*, 2006b). Tal fato pode também ser considerado no momento da cimentação pois o agente cimentante preaquecido pode transferir o calor para o substrato dentinário levando a um resfriamento do cimento resinoso. Este fato pode ser um dos fatores que conduziu à ausência de diferença significativa na RU quando do preaquecimento dos cimentos utilizados no presente estudo.

Ao avaliar a RU entre diferentes substratos, existe um consenso entre diversos pesquisadores (SANO *et al.*, 1994; PASHLEY *et al.*, 1999) que o teste mais indicado para este fim é o teste de microtração, pois este permite avaliar pequenas áreas (em torno de 1 mm²) de uma mesma superfície adesiva, induzindo menor quantidade de falhas intrínsecas na união adesiva (por sua área de avaliação ser diminuta). Além disso, possibilita avaliação sob microscopia eletrônica de varredura. Este teste é vantajoso, apesar de ser considerado mais laborioso do que os testes convencionais (PASHLEY *et al.*, 1999) também porque permite a ocorrência de falhas da união adesiva após a fratura, diminuindo o número de falhas coesivas.

Neste estudo, o padrão de fratura mais observado foi a falha adesiva, seguido da falha mista, e por último a coesiva em cerâmica. Não foram observadas falhas coesivas em dentina.

Durante a realização do teste houve uma preocupação em se posicionar a interface adesiva o mais perpendicular possível à força de tração de forma a induzir as tensões na interface de união de maneira uniforme, para que a interface fosse solicitada e não o substrato (PASHLEY *et al.*, 1995). O espécime foi fixado, portanto, mais paralelamente possível ao longo eixo do dispositivo de ensaio de forma que as tensões sobre a interface fossem predominantemente de tração.

Com relação ao número de espécimes perdidos, verificou-se que essa perda foi maior para o grupo GIII, no qual se utilizou o RelyX U200 não aquecido, cuja RU foi a menor de todos os grupos.

Microtrincas e outros defeitos podem ocorrer durante a confecção dos espécimes, causados pela vibração do disco de diamante na máquina de corte, e podem levar a falhas prematuras ao teste de microtração. Este fato está de acordo com os estudos de GORACCI *et al.* (2006) e VIOTTI *et al.* (2009), que também apresentaram um grande número de fraturas antes da realização do teste.

Neste estudo, as falhas pretestes não foram incluídas na análise estatística. Sabe-se que nos cálculos estatísticos baseados em espécimes que resistiram aos procedimentos de preparo, há uma superestimação da RU. Entretanto, quando se atribui valores nulos aos espécimes perdidos, a RU será subestimada, já que há uma quantidade mínima de força necessária para gerar as falhas no preteste (PASHLEY *et al.*, 1999; GORACCI *et al.*, 2006; VIOTTI *et al.*, 2009).

Segundo PASHLEY *et al.* (1999), quando as forças de união estão entre 5 e 7 MPa, o uso de peça de mão de alta rotação para o corte dos espécimes pode causar falhas prematuras na adesão. No presente estudo, nos grupos em que a força de união foi comprovadamente mais baixa, a vibração do disco durante o corte para finalizar a separação dos espécimes pode ter propiciado estas falhas.

Apesar de não ter tido um aumento estatisticamente significativo na RU, pode-se observar um menor número de espécimes perdidos antes do

teste de microtração e um pequeno aumento na RU do grupo GIV, no qual realizou-se o aquecimento do cimento RelyX U200.

Falhas coesivas em dentina começam a ser observadas em forças de adesão de 12 a 15 MPa e aumentam a frequência até 80% com força de adesão de 25 MPa (PASHLEY *et al.*, 1995), o que justifica a não existência desse tipo de falha neste trabalho.

É importante mencionar que foi estabelecida uma pressão padronizada de 1 (um) kg para realizar a cimentação das peças baseado no estudo de DE MUNCK *et al.* (2004), que mostrou uma melhoria na adesão quando as peças eram mantidas sobre uma pressão maior que a pressão dos dedos durante o período de polimerização do cimento.

Ao discutir as implicações clínicas dos resultados deste estudo, vale ressaltar que foi realizada a cimentação do disco cerâmico em um substrato dentário plano altamente favorável à dissipação de forças e portanto mais simplificado que em uma situação *in vivo*.

Outros estudos são necessários para investigar os resultados quando da cimentação de coroas, *onlays* e *inlays*, em dentes preparados, como se realiza no dia-a-dia da clínica para verificar o assentamento, adaptação marginal e determinar a eficácia da RU quanto ao preaquecimento do cimento resinoso.

6. CONCLUSÕES

Os valores de resistência de união do cimento resinoso convencional foram superiores àqueles registrados para o cimento resinoso autoadesivo para todos os grupos.

O procedimento de preaquecimento dos cimentos resinosos a 60°C, não influenciou a resistência de união entre dentina e cerâmica tanto para o cimento resinoso convencional quanto para o autoadesivo.

Com relação ao padrão de fratura, o tipo mais observado para todos os grupos testados foi a falha adesiva, seguida pela mista e pela coesiva em cerâmica, sendo que nenhum grupo apresentou falhas coesivas em dentina.

REFERÊNCIAS

ARIAS, V.G. **Determinação do número de dentes, espécimes e influência da localização dos espécimes na dentina para o ensaio de microtração.** 2007. Tese (Doutorado)-Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba, 2007.

BEHR, M.; ROSENTRITT, M.; REGNET, T.; LANG, R.; HANDEL, G. Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-tried systems. **Dent Mater**, v. 20, n. 2, p. 191-7, 2004.

CANTORO, A.; GORACCI, C.; PAPACCHINI, F.; MAZZITELLI, C.; FADDA, G.M.; FERRARI, M. Effect of pre-cure temperature on the bonding potential of self-etch and self-adhesive resin cements. **Dent Mater**, v. 24, n. 5, p. 577-83, 2008.

CANTORO, A.; GORACCI, C.; CARVALHO, C.A.; CONIGLIO, I.; FERRARI, M. Bonding potential of self-adhesive luting agents used at different temperatures to lute composite onlays. **J Dent**, v. 37, n. 6, p. 454-61, 2009.

CEKIC, I.; ERGUN, G.; LASSILA, L.V.J.; VALLITTU, P.K. Ceramic-dentin bonding: effect of adhesive systems and light-curing units. **J Adhes Dent**, v. 9, n. 1, p. 17-23, 2007.

COOK, W.D. Thermal aspects of the kinetics of dimethacrylate photopolymerization. **Polymer**, v. 33, n. 10, p. 2152-2161, 1992.

COOK, W.D.; SIMON, G.P.; BURCHILL, P.J.; LAU, M.; FITCH, T.J. Curing kinetics and thermal properties of vinyl ester resins. **J Appl Polym Sci**, v. 64, n. 4, p. 769-781, 1997.

D'ARCANGELO, C.; ANGELIS, F.; D'AMARIO, M.; ZAZZERONI, S.; CIAMPOLI, C.; CAPUTI, S. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. **Oper Dent**, v. 34, n. 3, p. 328-36, 2009.

DARONCH, M.; RUEGGERBERG, F.A.; DE GOES, M.F. Monomer conversion of pre-heated composite. **J Dent Res**, v. 84, n. 7, p. 663-67, 2005.

DARONCH, M.; RUEGGERBERG, F.A.; MOSS, L.; DE GOES, M.F. Clinically relevant issues related to preheating composites. **J Esthet Restor Dent**, v. 18, n. 6, p. 340-51, 2006a.

DARONCH, M.; RUEGGERBERG, M.F.; DE GOES, M.F.; GIUDICI, R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. **J Dent Res**, v. 85, n. 1, p. 38-43, 2006b.

DE MUNCK, J.; VARGAS, M.; VAN, LANDUYT, K.; HIKITA, K.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. **Dent Mater**, v. 20, n. 10, p. 963-71, 2004.

DEB, S.; DI SILVIO, L.; MACKLER, H.E.; MILLAR, B.J. Pre-warming of dental composites. **Dent Mater**, v. 27, n. 4, p. e51-59, 2011.

ESCRIBANO, N.; LA MACORRA, J.C. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. **J Adhes Dent**, v. 8, n. 5, p. 337-41, 2006.

GERTH, H.U.; DAMMASCHKE, T.; ZÜCHNER, H.; SCHÄFER, E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. **Dent Mater**, v. 22, n. 10, p. 934-41, 2006.

GORACCI, C.; CURY, A.H.; CANTORO, A.; PAPACCHINI, F.; TAY, F.R.; FERRARI, M. Microtensile bond-strength and interface properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. **J Adhes Dent**, v. 8, n. 5, p. 327-35, 2006.

GUESS, P.C.; STRUB, J.R.; STEINHART, N.; WOLKEWITZ, M.; STAPPERT, C.F.J. All-ceramic partial coverage restorations-midterm results of a 5-year prospective clinical splitmouth study. **J Dent**, v. 37, n. 8, p. 627-37, 2009.

HAN, L.; OKAMOTO, A.; FUKUSHIMA, M.; OKIJI, T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. **Dent Mater J**, v. 26, n. 6, p. 906-14, 2007.

HIKITA, K.; VAN MEERBEEK, B.; DE MUNCK, J.; IKEDA, T.; VAN LANDUYT, K.; MAIDA, T.; LAMBRECHTS, P.; PEUMANS, M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. **Dent Mater**, v. 23, n. 1, p. 71-80, 2007.

HILL, E.E.; LOTT, J. A clinically focused discussion of luting materials. **Aust Dent J**, v. 56, n. 1, p. 67-76, 2011.

ISO (International Organization for Standardization). **Technical specification ISO/TS 11405: Dental materials – testing of adhesion to tooth structure**. 2003. Switzerland.

KINA, S.; BRUGUERA, A. **Invisível: restaurações estéticas cerâmicas**. 1 ed. Maringá: Dental Press, 2007.

KIREMITÇI, A.; YALÇIN, F.; GÖKALP, S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. **Quintessence Int**, v. 35, n. 5, p. 367-70, 2004.

LEE, I.S.; SON, S.A.; HUR, B.; KWON, Y.H.; PARK, J.K. The effect of additional etching and curing mechanism of composite resin on the dentin bond strength. **J Adv Prosthodont**, v. 5, n. 4, p. 479-84, 2013.

LEITE, F.P.P.; KIMPARA, E.T.; VALANDRO, L.F.; VANDERLEI, A.D.; BOTTINO, M.A. Avaliação da resistência adesiva entre uma cerâmica reforçada por leucita e dois cimentos resinosos. **Cienc Odontol Bras**, v. 11, n. 2, p. 29-35, 2008.

LOPES, L. G.; MAGALHAES, A. P.; BRANDAO, N. A.; CARVALHO, A. A.; MOREIRA, F. do C.; DE SOUZA, J. B. Effect of light source and solvent on the sorption and solubility of two dual-cured cements photocured through ceramic. **Gen Dent**, v.60, n. 1, p.e26-31, 2012.

LOVELL, L.G.; NEWMAN, S.M.; BOWMAN, C.N. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. **J Dent Res**, v. 78, n. 8, p. 1469-76, 1999.

LOVELL, L.G.; BERCHTOLD, K.A.; ELLIOTT, J.E.; LU, H.; BOWMAN, C.N. Understanding the kinetics and network formation of dimethacrylate dental resins. **Polym Adv Technol**, v. 12, n. 6, p. 335-45, 2001.

MEDINA-VALDIVIA, J.R. **Resistência de união entre cimentos resinosos e zircônia**. 2011. 118f. Tese (Doutorado em Dentística)-Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 2011.

ODÉN, A.; ANDERSSON, M.; KRYSTEK-ONDRACEK, I.; MAGNUSSON, D. Five-year clinical evaluation of Procera AllCeram crowns. **J Prosthet Dent**, v 80, n. 4, p. 450-6, 1998.

OZTURK, N.; AYKENT, F. Dentin bond strengths of two ceramics *inlay* systems after cementation with three different techniques and one bonding system. **J Prosthet Dent**, v. 89, n. 3, p. 275-81, 2003.

PASHLEY, D.H.; SANO, H.; CIVECHI, B.; YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R.M. Adhesion testing of denting bonding agents: A review. **Dent Mater**, v. 11, n. 2, p. 117- 25, 1995.

PASHLEY, D.H., CARVALHO, R.M. Dentine permeability and dentine adhesion. **J Dent**, v. 25, n. 5, p. 355-72, 1997.

PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M.; SANO, H.; NAKAJIMA, M.; YOSHIYAMA, M.; SHONO, Y.; FERNANDES, C.A.; TAY, F. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent**, v. 1, n. 4, p. 299-309, 1999.

PEUMANS, M.; VAN MEERBEEK, B.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Porcelain veneers: a review of the literature. **J Dent**, v. 28, n. 3, p. 163-77, 2000.

RADOVIC, I.; MONTICELLI, F.; GORACCI, C.; VULICEVIC, Z.R.; FERRARI, M. Self-adhesive resin cements: a literature review. **J Adhes Dent**, v. 10, n. 4, p. 251-58, 2008.

REIS, A.; GRANDI, V.; CARLOTTO, L.; BORTOLI, G.; PATZLAFF, R.; ACCORINTE, M.L.R.; LOGUERCIO, A.D. Effect of smear layer thickness

and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. **J Dent**, v. 33, n. 7, p. 549-59, 2005.

RICKMAN, L.J.; SATTERTHWAITTE, J.D. Considerations for the selection of a luting cement. **Dent Update**, v. 37, n. 4, p. 247-8, 251-2, 255-6, 2010.

SANO, H.; SHONO, T.; SONODA, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.; PASHLEY, D.H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, v. 10, n. 4, p. 236-40, 1994.

SANTOS JR, G.C.; SANTOS, M.J.M.C.; RIZKALLA, A.S. Adhesive cementation of etchable ceramic esthetic restorations. **JCDA**, v. 75, n. 5, p. 379-84, 2009.

VAN DIJKEN, J.W. Resin-modified glass ionomer cement and self-cured resin composite luted ceramic inlays. A 5-year clinical evaluation. **Dent Mater**, v. 19, n. 7, p. 670-4, 2003.

VIOTTI, R.G.; KASAZ, A.; PENA, C.E.; ALEXANDRE, R.S.; ARRAIS, C.A.; REIS, A.F. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. **J Prosthet Dent**, v. 102, n. 5, p. 306-12, 2009.

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

ANEXOS

Anexo 1. Parecer consubstanciado do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Goiás

1/3 *frs*

SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

UFG

Goiânia, 02/08/2010

PARECER CONSUBSTANCIADO REFERENTE AO PROJETO DE PESQUISA,
PROTOCOLADO NESTE COMITÊ SOB O Nº 305/10

I – Identificação

– Título do projeto: *INFLUÊNCIA DO CIMENTO RESINOSO, DO SEU PRÉ-AQUECIMENTO E DO TIPO DE SISTEMA ADESIVO NA RESISTÊNCIA DE UNLÃO DE CERÂMICA À DENTINA*

– Pesquisador Responsável:
Fernanda Maria de Castro / <http://lattes.cnpq.br/2325401417593664>
Instituição: Faculdade de Odontologia / UFG

– Orientador:
Carlos Estrela / <http://lattes.cnpq.br/3611967334176683>
Instituição: Faculdade de Odontologia / UFG

– Pesquisadores participante:
João Batista de Souza / <http://lattes.cnpq.br/0642108682158061>
Instituição: Faculdade de Odontologia / UFG

Lawrence Gonzaga Lopes / <http://lattes.cnpq.br/8698234314492960>
Instituição: Faculdade de Odontologia / UFG

Paula Cicília Faquim Rodrigues / <http://lattes.cnpq.br/2231071141130996>
Instituição: Faculdade de Odontologia / UFG

– Instituição onde será realizado o estudo: Faculdade de Odontologia – UFG.

– Data de apresentação ao CEP/UFG: 20/10/2010

– Área Temática: grupo III

Comentários do relator frente à Resolução CNS 196/96 e complementares em particular sobre:

II – Estrutura do Protocolo

Processo devidamente instruído com os seguintes documentos: folha de rosto do CEP, folha de rosto do CONEP, Termo de Compromisso e *curriculum lattes* dos pesquisadores participantes e responsável, projeto de pesquisa, cronograma, orçamento, modelo do TCLE.

III – Projeto de pesquisa

– Descrição sucinta das justificativas e objetivos do projeto:
Para a realização e longevidade de uma restauração em cerâmica livre de metal é imprescindível a escolha do sistema cerâmico e do agente cimentante. Na tentativa de melhorar as propriedades mecânicas de adesão aos substratos dentários de cimentos

Λ

resinosos, tem-se proposto a realização do seu pré-aquecimento. Desta forma, o objetivo deste trabalho é avaliar a resistência de união entre uma cerâmica a base de dissilicato de lítio e cimentos resinosos pré-aquecidos com diferentes sistemas adesivos.

- Descrição clara do desenho e metodologias do projeto;

O esmalte oclusal de 80 terceiros molares humanos será removido expondo uma superfície plana de dentina. Serão 8 grupos de 10 amostras doadas cada, com aplicação de uma combinação de distintos cimentos e adesivos para cada grupo. Entre as amostras testadas, um par representativo de cada padrão fratura em todos os grupos de estudo, será separado para fotomicrografias empregando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Após a aprovação pelo comitê de ética, obter-se-á o termo de consentimento livre e esclarecido dos pacientes – TCLE (Apêndice A), que será obtido antes do procedimento de exodontia do terceiro molar previamente indicado, no qual o paciente será esclarecido da doação deste dente para realização desta pesquisa.

O cronograma prevê coleta de amostras de janeiro a março de 2011. A pesquisa somente será suspensa ou encerrada caso o número de amostras coletadas não seja suficiente. Os pesquisadores arcarão com todas as despesas referentes à execução da pesquisa que será desenvolvida nas dependências da UFG - por se tratar de um estudo laboratorial *in vitro*, pela existência de infra-estrutura necessária ao desenvolvimento da pesquisa e para atender eventuais problemas dela resultantes.

Os resultados obtidos com a pesquisa, assim que forem analisados, serão enviados para publicação na forma de artigo científico e de apresentações em congressos científicos, mesmo não sendo eles aqueles esperados pelo pesquisador.

-Referência sucinta aos critérios de participação (recrutamento, critérios de inclusão/exclusão, interrupção da pesquisa);

Para a obtenção dos dentes serão recrutados os pacientes pertencentes à disciplina de Estágio em Clínica Integrada I, II, III e IV da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás, respeitando as normas de conduta para a realização do procedimento cirúrgico vigentes nas disciplinas, como pacientes maiores de idade (18 anos) ou acompanhados do responsável legal e com condição sistêmica favorável.

Os pacientes serão convidados a doarem, para a pesquisa, os terceiros molares recém extraídos, quando forem submetidos à cirurgia para extração. Os dentes devem ser hígidos e livres de trincas.

- Identificação dos riscos e possíveis benefícios aos sujeitos:

Esclarece a pesquisa, no projeto e no TCLE, que não oferecerá nenhum benefício direto e nem danos aos pacientes, pois serão coletados os dentes doados pelos pacientes que já iriam ser submetidos ao procedimento cirúrgico de extração. Porém, espera-se que este estudo traga informações importantes sobre a resistência de união de materiais cerâmicos à dentina após aplicação a diferentes agentes para cimentação, de forma que os resultados possam permitir que um procedimento reabilitador seja realizado com sucesso e com perspectiva de longevidade e durabilidade adesiva.

A participação nesta pesquisa não trará complicações legais. A presente pesquisa não apresentará riscos aos pacientes, pois os dentes serão obtidos por indicação prévia de exodontia, no qual os dentes que serão utilizados para a execução da pesquisa *in vitro*. Além disso, o estudo não trará desconfortos aos participantes, pois as informações obtidas são estritamente confidenciais.

Os pacientes submetidos à exodontia na Faculdade de Odontologia da UFG são assistidos pela equipe responsável pelo procedimento cirúrgico como também pelo coordenador da disciplina em relação à prevenção de acidentes e complicações, bem como recebem adequada assistência no pós-operatório.

Não haverá procedimentos decorrentes da pesquisa que afetará o paciente, visto que os dentes serão extraídos por indicações pré-estabelecidas e serão doados para o estudo, sendo que o paciente não é um participante ativo da pesquisa. Além disso, o pesquisador tomará todas as precauções padrões para o controle de infecção durante a coleta dos dentes utilizando todos os Equipamentos de Proteção Individual (EPIs) necessários.

IV – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido

O TCLE apresenta-se em linguagem clara e acessível, informa aos sujeitos os objetivos e procedimentos da pesquisa, a forma de participação como doador voluntário – sem custos ou compensação financeira, e os benefícios esperados pela pesquisa.

Garante aos sujeitos, o direito de recusar-se ou de retirar seu consentimento sem que isso acarrete qualquer penalidade ou perda de benefícios.

O projeto e o TCLE contemplam os princípios da Bioética, da autonomia, da beneficência e da não maleficência.

V– Parecer do CEP: Aprovado, smj deste comitê.

VI – Data da reunião: 22/11/2010

Assinatura do Coordenador CEP/UFG:

Prof. João Carlos da Rocha Medrad
Coordenador do Comitê de Ética em Pesquisa
Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação/UFG

João Carlos Medrad

Anexo 2. Normas de publicação do periódico

Guide for Authors – Dental Materials

Authors are requested to submit their original manuscript and figures via the online submission and editorial system for Dental Materials. Using this online system, authors may submit manuscripts and track their progress through the system to publication. Reviewers can download manuscripts and submit their opinions to the editor. Editors can manage the whole submission/review/revise/publish process. Please register at: <http://ees.elsevier.com/dema>. Dental Materials now only accepts online submissions. The Artwork Quality Control Tool is now available to users of the online submission system. To help authors submit high-quality artwork early in the process, this tool checks the submitted artwork and other file types against the artwork requirements outlined in the Artwork Instructions to Authors on www.elsevier.com/artworkinstructions. The Artwork Quality Control Tool automatically checks all artwork files when they are first uploaded. Each figure/file is checked only once, so further along in the process only new uploaded files will be checked.

Manuscripts

The journal is principally for publication of Original Research Reports, which should preferably investigate a defined hypothesis. Maximum length 6 journal pages (approximately 20 double-spaced typescript pages) including illustrations and tables. Systematic Reviews will however be considered. Intending authors should communicate with the Editor

beforehand, by email, outlining the proposed scope of the review. Maximum length 10 journal pages (approximately 33 double-spaced typescript pages) including figures and tables. Three copies of the manuscript should be submitted: each accompanied by a set of illustrations. The requirements for submission are in accordance with the "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals", *Annals of Internal Medicine*, 1997,126, 36-47. All manuscripts must be written in American English. Authors are urged to write as concisely as possible. The Editor and Publisher reserve the right to make minimal literary corrections for the sake of clarity. Authors for whom English is not the first language should have their manuscripts read by colleagues fluent in English. If extensive English corrections are needed, authors may be charged for the cost of editing. For additional reference, consult issues of *Dental Materials* published after January 1999 or the Council of Biology Editors Style Manual (1995 ed.). All manuscripts should be accompanied by a letter of transmittal, signed by each author, and stating that the manuscript is not concurrently under consideration for publication in another journal, that all of the named authors were involved in the work leading to the publication of the paper, and that all the named authors have read the paper before it is submitted for publication.

Always keep a backup copy of the electronic file for reference and safety.

Manuscripts not conforming to the journal style will be returned. In addition, manuscripts which are not written in fluent English will be rejected automatically without refereeing.

Format

General

- number all pages consecutively.
- type double-spaced on A4 or 8.5 x 11-inch bond paper, with margins of 30 mm.
- double-space references.
- indent or space paragraphs.
- arrange article in the following order: Title, Abstract, Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Conclusion, Acknowledgements, References, Tables, Figures, Captions.
- start each section on a separate page.

Title page

- Title (capitalize the first letter of the first word) e.g. Comparison of the color stability of ten new composites.
- Authors (first name, middle initial, surname) e.g. Kenneth J. Anusavice 1, Victoria Marker 2
- Authors' addresses (abbreviated) e.g. 1 Department of Biomaterials, University of Florida, Gainesville, Florida, USA 2 Department of Biomaterials Science, Baylor College of Dentistry, Dallas, Texas, USA
- Short Title (45 characters) e.g Color stability of composites
- Corresponding Author details (essential): Name, complete address, phone, fax, and E-mail numbers

Abstract (structured format)

- 250 words or less.

• subheadings should appear in the text of the abstract as follows: Objectives, Methods, Results, Significance. (For Systematic Reviews: Objectives, Data, Sources, Study selection, Conclusions). The Results section may incorporate small tabulations of data, normally 3 rows maximum.

Keywords

Up to 10 keywords should be supplied e.g. dental material, composite resin, adhesion.

Introduction

This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

Materials and methods

- describe the procedures and analytical techniques.
- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.

- identify names and sources of all commercial products e.g. "The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..." "... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."

- specify statistical significance test methods.

Results

- refer to appropriate tables and figures.
- refrain from subjective comments.
- make no reference to previous literature.
- report statistical findings.

Discussion

- explain and interpret data.
- state implications of the results, relate to composition.
- indicate limitations of findings.
- relate to other relevant research.
- suggest directions for future research.

Conclusion (if included)

- must NOT repeat Results or Discussion
- must concisely state inference, significance, or consequences

Acknowledgements

As appropriate, e.g.: "Based on a thesis submitted to the graduate faculty, University of Virginia, in partial fulfilment of the requirements for the M.S. degree." "This investigation was supported in part by Research Grant DE 00000 from the National Institute of Dental Research, Bethesda, MD 20892."

References - must now be given according to the following numeric system:

Cite references in text in numerical order. Use square brackets: in-line, not superscript e.g. [23]. All references must be listed at the end of the paper, double-spaced, without indents. For example:

1. Moulin P, Picard B and Degrange M. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatments. J Dent, 1999; 27:79-87.

2. Taylor DF, Bayne SC, Sturdevant JR and Wilder AD. Comparison of direct and indirect methods for analyzing wear of posterior composite restorations. Dent Mater, 1989; 5:157-160.

Avoid referencing abstracts if possible. If unavoidable, reference as follows:

3. Demarest VA and Greener EH . Storage moduli and interaction parameters of experimental dental composites. J Dent Res, 1996; 67:221, Abstr. No. 868.

Tables and figures

All tables and figures must be thoroughly discussed in the text of the manuscript.

Tables

- one table to a page, each with a title.
- number tables in order of mention using Arabic numerals.
- must be able to "stand alone" apart from text.
- when appropriate, standard deviations of values should be indicated in parentheses; (do NOT use \pm notation).
- results of statistical analysis must be included, use superscript letters to indicate significant differences.
- for explanatory footnotes, use symbols (*, #, **, ##).

Figures

- Do not import the figures into the text file but, instead, indicate their approximate locations directly in the electronic text. Images to be supplied separately in jpg, gif or other graphics file.
- only black and white photographs for print publication.
- omit titles and other information contained in the figure caption.
- maximum of 6 figures per manuscript.
- figures grouped together should have similar dimensions and be labelled "a, b, c", etc.
- place magnification markers directly on the micrographs.

- authors should consider that the majority of figures will be reduced to the width of a single column (approximately 85 mm). Preferably figures should exactly match, or be no more than 1.5 times that width.

- authors can indicate if they feel a figure should be full page width.

Dental Materials has been selected for inclusion in a new 'colourful e-products' workflow. Figures that appear in black and white in the printed version of the journal can be IN COLOUR, online, in ScienceDirect. Authors wishing to make use of this facility should ensure that

1. the artwork is in an acceptable format (TIFF, EPS or MS Office files) and at the correct resolution

2. RGB colourspace is used and

3. for colour online and black and white in print, both colour and black and white artwork (file and/or hardcopy) is provided. There will be no charges to the authors for colour figures online.

Graphs

- unique, concise axis labels; do not repeat the Figure caption.
- uniform size for graphs of similar type.
- type size that will be easily read when the graph is reduced to one column width.

- lines that are thick and solid (100% black). Captions to tables and figures

- list together on a separate page.

- should be complete and understandable apart from the text.
- include key for symbols or abbreviations used in Figures.
- *individual* teeth should be identified using the FDI two-digit system.

General Notes on Text

Abbreviations and acronyms: terms and names to be referred to in the form of abbreviations or acronyms must be given in full when first mentioned.

Correct Usage • use S.I. units (International System of Units). If non-SI units must be quoted, the SI equivalent must immediately follow in parentheses.

- use correct symbols for μ g, L (as in μ g; m, mL, etc.)
- put leading zeros in all numbers less than 1.0
- write out number of ten or fewer (ten rats) except when indicating inanimate quantities (10 mL)
- always use digits for dates, dimensions, degrees, doses, time, percentages, ratios, statistical results, measurements, culture cells, and teeth.
- the complete names of *individual* teeth must be given in the text.

General Policy

- receipt of manuscripts will be acknowledged.

- after initial review, authors will be notified of status.
- every effort is made to obtain timely reviews; please remember that the referees and the editor are volunteers.
- a list of revisions and responses to reviewers' critiques must accompany resubmitted revised manuscripts.

On Submission: Agreement, by the act of ticking a box, to the statement, "This paper has been compiled with the knowledge, input and approval of all the named authors." On acceptance, authors will be required to sign a transfer of copyright agreement. If figures, tables, or other excerpts, are included from copyrighted works the author is responsible for obtaining written permission from the copyright holder prior to submitting the final version of the paper. Full credit must be given to such sources.

Offprints and page charges: no page charges are levied on articles published in Dental Materials. Each corresponding author receives 25 offprints of their article free of charge after it has been published; they will also have the opportunity to order additional copies.

Submission Package Checklist:

- letter of transmittal signed by all authors.
- One electronic copy of the manuscript.
- One electronic copy of each image and table, all labelled.

For further guidance on electronic submission, please contact Author Services, Log-In Department, Elsevier Ltd, The Boulevard, Langford Lane, Kidlington, Oxford, OX5 1GB, UK. E-mail: authors@elsevier.co.uk, fax: +44 (0)1865 843905, tel: +44 (0)1865 843900.

Anexo 3. Artigo

Artigo – Effect of resin cements preheating on ceramics bonding to dentin

Fernanda Maria de Castro, Carlos Estrela, João Batista de Souza,

Lawrence Gonzaga Lopes.

Dental Materials (a submeter)

Effect of resin cements preheating on ceramics bonding to dentin

Fernanda M. De Castro¹, Carlos Estrela², João B. De Souza¹, Lawrence G. Lopes¹.

1- Department of Prevention and Oral Rehabilitation, Dentistry School, Federal University of Goiás, Goiânia, Goiás, Brazil

2- Department of Endodontics Dentistry School, Federal University of Goiás, Goiânia, Goiás, Brazil

Short title: Preheating of resin cements and bond strength

Corresponding author:

Fernanda Maria de Castro

Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Primeira Avenida esquina com Praça Universitária, s/n, Setor Universitário - 74.605-220, Goiânia-GO, Brazil.

Phone: 55 62 3209 6050 Fax: 55 62 3521 1882

fcastrovitae@hotmail.com

Abstract

Objectives: Evaluate the bond strength (BS) between leucite glass ceramic and dentin when luted with preheated or not resin cements through a microtensile bond strength test (μ TBS) and determinate the fracture mode.

Methods: Twenty-four extracted human third molars were sectioned and twenty-four leucite glass ceramic discs (Empress Esthetic, Ivoclar Vivadent) were obtained and luted to the teeth. Four groups were obtained: GI – RelyX ARC (3M ESPE) + Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE); GII – RelyX ARC preheated 60°C + Scotchbond Multi-Purpose Plus; GIII – RelyX U200 (3M ESPE); GIV – RelyX U200 preheated 60°C. They were cut into 1mm² specimens, stored in distilled water (25±2°C - 24h), then submitted to the μ TBS in an universal testing machine. Each specimen obtained was analysed in stereoscopic microscope (45X) to classify the failure mode. A representative pair of each failure mode was analysed in Scanning Electron Microscopy. Data were statistically analysed with ANOVA and Tukey ($\alpha=0.05$).

Results: BS produced by RelyX ARC was significantly higher than RelyX U200 ($p<0.05$). There were no significant differences on BS between groups GI (12.98 MPa) and GII (12.87 MPa), and between GIII (6.81 MPa) and GIV (8.58 MPa) ($p>0.05$). The predominant failure mode among all groups was adhesive, followed by mixed failure and ceramic cohesive failure; no group presented dentin cohesive failure.

Significance: Preheating of resin cements to 60°C did not enhance BS of both cements tested; BS of conventional cement was greater than that of self-adhesive; Most observed failure mode was adhesive.

Keywords: Polymerization, Heating, Resin cements, Dental porcelain, Dental adhesives.

1 Introduction

The growing search for esthetic treatments in Dentistry has been responsible for the increase in the use of ceramic indirect restoration, becoming a great part of the clinical practice due to its esthetic quality, color stability and biocompatibility [1]. Different types of ceramic systems are commercially available.

Clinical success of ceramic restorations depends primarily on the luting agent, which should ensure an effective adhesion between the restoration and the tooth structure [2,3], as well as on the adhesive cement properties, that are critical for the restoration longevity [4,5].

Adhesion to enamel is an efficient and well-established procedure, which provides the formation of a micromechanical adhesion [6], due to its highly inorganic composition. The adhesion to dentin is less reliable and more complex [6,7], due to its characteristics: high organic content, tubular structure variations, and the movement of fluid to the external environment [8,9].

Aiming to enhance bond strength (BS), some studies have investigated the temperature influence in the adhesion mechanism to tooth substrate [10-12]. The polymerization temperature affects the conversion process and the polymer properties [11]. Raising the temperature enhances free radicals' and monomers' mobility, resulting in a higher degree of conversion [10] of the commercially available composites [12].

Some studies suggest that there are benefits in decreasing composites' viscosity - due to temperature increase - before its insertion in the cavity, probably

resulting in better marginal sealing [13-15]. Other studies have investigated the effect of resin cements preheating on the BS and did not obtain conclusive results [16,17].

Thus, it is important to evaluate preheating effect on BS of resin cements, as there is little information available on literature. The purpose of this study was to evaluate BS between leucite ceramic and dentin when luted with preheated resin cements, through a microtensile bond strength test and failure mode classification. The investigated null hypotheses were: (1) there is no difference in BS between ceramic and dentin when luted with self-adhesive or conventional resin cement; (2) preheating does not influence BS between ceramic and dentin.

2 Material and Methods

The experiment was conducted according to ISO TS 11405 (2003) specifications [18]. Twenty-four human third molars were extracted after obtaining the informed consent under a reviewed and approved protocol by the institutional review board of the Federal University of Goiás – Brazil. Only teeth free of caries and previous restorations were selected.

2.1 Sample preparation

Teeth were stored in a 0.2% Thymol solution (Terapêutica Pharmacia de Manipulação, Goiânia, Brazil) at room temperature, for no longer than 1 month, to prevent dehydration and bacterial growth until use in experiment. On each tooth a flat deep coronal dentin surface was created by removing the coronal enamel and root with the Isomet 1000 water-cooled saw (Buehler Ltda, Lake Bluff, USA) in low speed (150 rpm). The dentin surfaces were finished by wet grinding with 320 and 600-grit sandpaper rinsed copiously with distilled water and stored in the same medium at $25\pm 2^{\circ}\text{C}$, 24 hours before luting.

Twenty-four leucite glass-ceramic (IPS Empress Esthetic, Ivoclar-Vivadent; color ETC1, Schaan, Lechstenstein, Batch: P65032) (Table 1) discs - 10 mm diameter X 3 mm thick - were obtained, ground with 200, 360 and 600-grit sandpaper, air-particle abraded (Basic Master 2948-2025, Renfert, Hilzingen, Germany) and cleaned in distilled water for 10 minutes at an ultrasonic cleaner (JP 4820, Skymen, Guandong, China).

Dentin and ceramic samples were randomly divided into four (4) groups (Table 1), and luted according to the manufacturer recommendation for each group: GI – RelyX ARC (3M ESPE, St. Paul, USA) + Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE, St. Paul, USA); GII – RelyX ARC preheated at 60°C + Scotchbond Multi-

Purpose Plus; GIII – RelyX U200 (3M ESPE, St. Paul, USA); GIV – RelyX U200 preheated at 60°C.

Dentin surface preparation for groups GI and GII followed manufacturer recommendations and are represented on table 2.

2.2 Adhesion procedures

A10% hydro-fluoridric acid etching (HF) (Dentsply, Petrópolis, Brazil) was applied to the ceramic discs' surface for 1 min, rinsed with water for 20 seconds (sec) and dried with air spray. Ceramics were silanized with silane coupling agent (Monobond S, Ivoclar Vivadent) with a brush (Cavibrush, FGM, Joinville, Brazil) for 1 min and the solvent was dried with a stream of air (5 cm away). Catalyst was then applied on ceramic surface with a brush (Cavibrush, FGM, Joinville, Brazil).

Bonding procedures were performed according to the manufacturers instructions (Table 2). The ceramic disc was luted on the dentin substrate under a pressure equivalent to 1-kg static load applied for 160 sec and the excess cement was removed with a brush. The light polymerization was carried out with a LED unit (Radii Plus, SDI, São Paulo, Brazil, 1500 mW/cm²) for 40 sec in each side of the sample, under the load. After the 1-kg load was removed the light polymerization was complemented for 40 sec through the ceramic disc.

2.3 Cements preheating

For groups GII and GIV the cements were placed over a mixing pad and preheated in an oven (Estufa Microprocessada para esterilização e Secagem, Sterilifer, Diadema, Brazil) for 5 min at 60°C controlled with mercury thermometer (Incoterm, Porto Alegre, Brazil). They were then removed from the oven, manipulated and placed in the discs for luting.

2.4 Microtensile bond strength test

After a 24-h storage period at 37°C, teeth were sectioned occluso-gingivally into serial slabs, using the ISOMET 1000 saw (Buehler Ltda, Lake Bluff, USA), under water cooling at very low speed and with no additional pressure. The slabs were then cut into 1mm² specimens of ceramic/cement/dentin and stored at 37°C for 24 h. Specimens of ceramic bonded to enamel were excluded.

The specimens were stressed to failure under tension using a universal testing machine (Instron 5945, Barueri, Brazil; crosshead speed: 1 mm/min) where the BS was registered in MPa.

2.5 Failure mode analysis

After the test each part of the specimens were analysed in a stereoscopic microscope (2040-S Millenium, Zeigen, Cidade do Mexico, Mexico) (45X) and their failure classified in 4 types: 1 – adhesive; 2 – dentin cohesive; 3 – ceramic cohesive and 4 – mixed [19]. Two specimens of each failure mode type were also analysed in Scanning Electron Microscopy (SEM) (Jeol, JSM – 6610, São Paulo, Brazil).

2.6 Statistical Analysis

The data were statistically analyzed with analysis of variance (ANOVA) and the Tukey multiple comparisons test ($p < 0.05$) in software IBM SPSS Statistics 19.0 for Windows (SPSS Inc., Chicago, USA) ($p < 0.05$). Pretest failures were not included in the statistical analysis.

3 Results

The number of valid specimens and pre-test failure is presented in Table 3. For both cements tested, the preheated group had a lower number of pre-test failure when compared to the not-heated group. Group GIII presented the greatest amount of pre-test failure, with less than 50% of valid specimens. However, when heated, the same cement presented less pre-test failure than GI.

The results found for BS are described through mean and standard deviation and are presented in Table 3. There was a statistical significant difference between RelyX ARC (GI and GII) and RelyX U200 (GIII and GIV) ($p < 0.05$) BS values, where BS for RelyX ARC was significantly higher than BS for RelyX U200 in both groups, preheated or not ($p < 0.05$). For both, RelyX ARC and RelyX U200, there was no significant statistical difference between the preheated and the not-heated group ($p > 0.05$).

The most observed failure mode for all groups was the adhesive failure (GI=87.7%, GII=72.9%, GIII=81.2%, GIV=58.0%) followed by mixed failure (GI=2.5%, GII=18.0%, GIII=10.5%, GIV=24.7%) and ceramic cohesive failure (GI=9.8%, GII=9.1%, GIII=8.3%, GIV=17.3%). No group presented dentin cohesive failures. Group GI presented the highest prevalence of adhesive failure, followed by GIII. Conversely, group GIV showed the lowest prevalence of adhesive failures, and also the greater amount of ceramic cohesive and mixed failures.

Two of the SEM images are shown in Figure 1A and 1B, representing the most observed failure, the adhesive.

4 Discussion

A luting agent's primary function is to fill the minute void between an indirect restoration and tooth and prevent dislodgement during function [20]. The use of these cements has been encouraged for ceramic restorations due to their low solubility, good esthetic and high BS [3].

In the present study, the resin cements tested have different compositions and cimentation procedures: RelyX ARC, conventional cement with dual cured, used in combination with the three-step ScotchBond Multi-Purpose Plus adhesive system, and RelyX U200, self-adhesive cement with dual cured, which does not need dental surface treatment with acid, primer or any other substance that enforces bonding (manufacturer information).

The first null hypothesis was rejected, as the results of the present study reveal a statistical significant difference in BS between RelyX ARC and RelyX U200, where the BS values were better for RelyX ARC - GI (12.98 MPa) and GII (12.87 MPa) - than for RelyX U200 - GIII (6.81 MPa) and GIV (8.58 MPa). This results corroborate with De Munck *et al.* (2004) [21], Viotti *et al.* (2006) [22], and Cantoro *et al.* (2009) [17].

The low values of BS registered for the self-adhesive cements are probably related to the limited capability to demineralize and infiltrate the dentinary substrate [21,23].

It is known that the formation of hybrid layer on dentinary interface is strongly important for BS. Thus, the lower BS value for the self-adhesive cements when compared to the conventional cements can be due to the absense of hybrid layer formation [21,23].

Self-adhesive system gained grand popularity, as it consists on a much simpler and less sensible technique if compared to the conventional system, because it eliminates the chance of excessive acid conditioning, excessive dentin drying and excessive humidity [24].

In conventional system luting procedure in which the total-etch conditioning system is used, the smear layer is removed through 37% phosphoric acid etching of the dentin, promoting more superficial demineralization. After primer and dental adhesive application, which infiltrate between the collagen fibrils, the hybrid layer is formed in the intertubular dentin, and the resin tags are formed within the tubules [25].

Several studies testify a lower BS for self-adhesive resin cements when compared to conventional cements [17,21,22], which corroborates with the results of the present study.

According to Behr *et al.* (2004) [26], SEM images revealed that there was no hybrid layer formation on the dentinary interface when RelyX Unicem, a self-adhesive resin cement, was used. Thereat, De Munck *et al.* (2004) [21], indicated that RelyX Unicem has to be applied with some pressure to enhance its accommodation and adaptation to the cavity walls, as it interacts superficially with the surface of dentin and of enamel with no hybrid layer formation [21,23,27].

A lot of studies have been conducted seeking to evaluate and improve BS of resin cements [7,21,22,28,29,30]. Based on that, some studies have sought to explain the relation between preheating and the BS of this materials [16,17].

The preheating of resin cements at 60°C was performed to reduce viscosity [16,17] and improve adaptation to the dentinary substrate thus promoting the

contribution of chemical reactions and physical interactions to the overall adhesion mechanism [16].

In this study, the second null hypothesis was accepted, as there was no statistical significant difference regarding the BS values between the preheated at 60°C group and the not-heated group, for both RelyX ARC and RelyX U200.

Preheating can significantly increase monomer conversion [31], probably enhancing polymer physical and mechanical properties - surface hardness, flexural strength and modulus, fracture toughness, diametral tensile strength and wear resistance [12,32].

Conversely, a study about warmed resin composites observed that while resin composite was removed from the heater to be brought to oral cavity, the resin temperature decreased exponentially and when the preheated resin composite came in contact with the tooth, which was at a lower temperature, there was a cooling of the material so as to reach a thermal equilibrium with the adjacent tooth structure [33]. This fact may also be considered at the time of luting because the preheated luting agent can transfer the heat to dentin substrate leading to a cooling of resin cement, which may have contributed to the no statistical difference on BS between the preheated and not-heated groups.

In this study, the most common failure pattern observed was the adhesive, followed by mixed failure and at least ceramic cohesive failure. No group presented dentin cohesive failure.

Concerning the high number of specimens that failed prematurely during preparation for the microtensile BS test, it was observed that this failure was greater for group GIII - RelyX U200, not-heated group - which had the lowest BS of all groups.

Microcracks and other defects can occur during the preparation of the samples, due to the vibration of the diamond disk from the cutting machine, and can lead to premature failure of the microtensile test. This fact is in accordance with the studies of Goracci *et al.* (2006) [23], and Viotti *et al.* (2009) [22], that also presented a great number of fractures prior to testing. In this study, the premature failures were not included on statistical analysis.

Despite no statistical significant increase on BS, a lower number of specimens that failed before the microtensile BS test and a small increase on BS for group GIV, RelyX U200 preheated group, was noticed.

Cohesive failures in dentin begin to be observed in BS from 12 to 15 MPa and increase the frequency up to 80% when BS reaches 25 MPa [8], which explains the absence of such failure in this study.

When discussing the clinical implications of this study, it is worth mentioning that the luting procedure was done on a flat tooth substrate, highly favorable to force dissipation, thus being simpler than in a *in vivo* situation.

Other studies are necessary to investigate the effect of resin cements preheating on luting crowns, onlays and inlays in prepared teeth simulating clinical situations to verify the setting, marginal adaptation and to determine the efficacy of BS for preheated resin cements.

5 Conclusion

The BS values for the conventional resin cement were superior to those obtained for the self-adhesive groups.

Resin cements preheating at 60°C, did not influence the BS between dentin and ceramic for both conventional and self-adhesive cements

The most observed failure mode was the adhesive failure, followed by mixed and ceramic cohesive failure, with no group presenting dentin cohesive failures.

References

1. Odén A, Andersson M, Krystek-Ondracek I, Magnusson D. Five-year clinical evaluation of Procera AllCeram crowns. *J Prosthet Dent*. 1998 Oct;80(4):450-6.
2. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR and Ferrari M. Self-adhesive Resin Cements: A Literature Review. *J Adhes Dent*, 2008; 10(4):251-58.
3. Santos Jr. GC, Santos MJMC and Rizkalla AS. Adhesive Cementation of Etchable Ceramic Esthetic Restorations. *JCDA*, 2009; 75(5):379-84.
4. Ozturk N and Aykent F. Dentin bond strengths of two ceramics *inlay* systems after cementation with three different techniques and one bonding system. *J Prosthet Dent*, 2003; 89(3):275-81.
5. Guess PC, Strub Jr, Steinhart N, Wolkewitz M and Stappert CFJ. All-ceramic partial coverage restorations—Midterm results of a 5-year prospective clinical splitmouth study. *J Dent*, 2009; 37(8):627-37.
6. Rickman LJ and Satterthwaite JD. Considerations for the selection of a luting cement. *Dent Update*, 2010; 37(4):247-8, 251-2, 255-6.
7. D'Arcangelo C, Angelis F, D'Amario M, Zazzeroni S, Ciampoli C and Caputi S. The Influence of Luting Systems on the Microtensile Bond Strength of Dentin to Indirect Resin-based Composite and Ceramic Restorations. *Oper Dent*, 2009; 34(3):328-36.
8. Pashley DH, Sano H, Civechi B, Yoshiyama M and Carvalho RM. Adhesion testing of denting bonding agents: A review. *Dent Mater*, 1995; 11(2):117-25.
9. Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P and Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *J Dent*, 2000 Mar; 28(3):163-77.
10. Cook WD. Thermal aspects of the kinetics of dimethacrylate photopolymerization. *Polymer*, 1992; 33(10):2152-2161.
11. Cook WD, Simon GP, Burchill PJ, Lau M and Fitch TJ. Curing kinetics and thermal properties of vinyl ester resins. *J Appl Polym Sci*, 1997; 64(4):769-781.
12. Daronch M, Rueggeberg FA and De Goes MF. Monomer conversion of preheated composite. *J Dent Res*, 2005; 84(7):663-667.

13. Lovell LG, Newman SM and Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res*, 1999 Aug; 78(8):1469-76.
14. Daronch M, Rueggeberg FA, Moss L and De Goes MF. Clinically relevant issues related to preheating composites. *J Esthet Restor Dent*, 2006; 18(6):340-351.
15. Wagner WC, Aksu MN, Neme AL, Linger JB, Pink FE and Walker S. Effect of preheating resin composite on restoration microleakage. *Oper Dent*, 2008; 33(1):72-8.
16. Cantoro A, Goracci C, Papacchini F, Mazzitelli C, Fadda GM and Ferrari M. Effect of pre-cure temperature on the bonding potential of self-etch and self-adhesive resin cements. *Dent Mater*, 2008; 24(5):577-83.
17. Cantoro A, Goracci C, Carvalho CA, Coniglio I and Ferrari M. Bonding potential of self-adhesive luting agents used at different temperatures to lute composite onlays. *J Dent*, 2009; 37(6):454-61.
18. ISO (International Organization for Standardization): ISO/TS 11405: 2003, Dental materials-Testing of adhesion to tooth structure.
19. Lee IS, Son SA, Hur B, Kwon YH, Park JK. The effect of additional etching and curing mechanism of composite resin on the dentin bond strength. *J Adv Prosthodont*, 2013; 5(4):479-84.
20. Hill EE and Lott J. A clinically focused discussion of luting materials. *Aust Dent J*, 2011; 56(1):67-76.
21. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P and Van Meerbeek B. Bonding of a self-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*, 2004; 20(10):963-71.
22. Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, Alexandre RS, Arrais CA and Reis AF. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent*, 2009; 102(5):306-12.
23. Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR and Ferrari M. Microtensile Bond-Strength and Interface Properties of Self-etching and Self-adhesive Resin Cements

Used to Lute Composite Onlays Under Different Seating Forces. *J Adhes Dent*, 2006; 8(5):327-335

24. Kiremitçi A, Yalçın F and Gökalp S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int*, 2004; 35(5):367-70.

25. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent*, 1997; 25(5):355-72.

26. Behr M, Rosentritt M, Regnet T, Lang R and Handel G. Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-tried systems. *Dent Mater*, 2004; 20(2):191-7.

27. Gerth HU, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater*, 2006 Oct; 22(10):934-41.

28. Escribano N, La Macorra JC. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. *J Adhes Dent*, 2006; 8(5):337-41.

29. Cekic I, Ergun G, Lassila LVJ and Vallittu PK. Ceramic-Dentin Bonding: Effect of Adhesive Systems and Light-curing Units. *J Adhes Dent* 2007; 9(1):17-23.

30. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater*, 2007; 23(1):71–80.

31. Deb S, Di Silvio L, Mackler HE and Millar BJ. Pre-warming of dental composites. *Dent Mater*, 2011; 27(4):e51-59.

32. Lovell LG, Berchtold KA, Elliott JE, Lu H, Bowman CN. Understanding the kinetics and network formation of dimethacrylate dental resins. *Polym Adv Technol*, 2001; 12(6):335-45.

33. Daronch M, Rueggeberg MF, De Goes MF and Giudici R. Polymerization kinetics of preheated composite. *J Dent Res*, 2006; 85(1): 38-43.

Tables

Table 1. Comercial name, manufacturer and composition of the materials used in this study

Material	Composition	Manufacturer
IPS Empress Esthetic (batch #P65032)	SiO ₂ , K ₂ O, Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, CaO, B ₂ O ₃ , TiO ₂ , CeO ₂ , pigments	Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein
RelyX ARC (batch #N47405)	Bis-GMA, TEGDMA, zirconia and silica particles, pigments, photoinitiators, amine, benzoyl peroxide	3M ESPE, St. Paul, EUA
RelyX U200 (batch #522958)	Methacrilate monomers with phosphoric acid groups, methacrilate, silanized and alkaline particles, initiators, stabilizers, rheological aditives, pigments	
ScotchBond Multi-Purpose Plus	Etchant: 35% H ₃ PO ₄ (batch #1307100848) Activator: ethanol solution / sulfinic acid salt and photoinitiator (batch #N375291) Primer: HEMA, Polialquenoic acid copolymer (batch #N478117) Catalyst: Bis-GMA, HEMA and BPO (batch #N471775)	

Table 2. Luting protocols for all groups

Groups	Protocol
GI	<p>Dentin preparation: 37% phosphoric acid (Scotchbond Etchant, 3M ESPE) for 15 sec, washed for 30 sec with tap water and dried with absorbent paper; activator Adapter Scotchbond Multi-Purpose Plus - 1,5 (3M ESPE) for 20 sec, followed by two layers of primer Adapter Scotchbond Multi-Purpose Plus - 2 (3M ESPE) for 10 sec and catalyst Adapter Scotchbond Multi-Purpose Plus - 3,5 (3M ESPE) for 10 sec, finishing with air spray for 10 sec (5 cm away from the surface).</p> <p>RelyX ARC: placed over a glass slab, manipulated for 10 sec with metallic spreader and applied on the disc.</p>
GII	<p>Dentin preparation: same as Group 1.</p> <p>RelyX ARC preheated: both pastes were put on a paper, heated in an oven (Sterilifer, Diadema, Brasil) to 60°C (controlled with mercury thermometer) for 5 min, removed, manipulated and applied on the disc.</p>
GIII	<p>Dentin preparation: no treatment.</p> <p>RelyX U200: placed over a glass slab, manipulated for 20 sec with metallic spreader and applied on the disc.</p>
GIV	<p>Dentin preparation: no treatment.</p> <p>RelyX U200 preheated: both pastes were put on a paper, preheated in an oven (Sterilifer, Diadema, Brasil) to 60°C (controlled with mercury thermometer) for 5 min, removed, manipulated and applied on the disc.</p>

Table 3. Means and standard deviations of BS (MPa) for the resin cements when preheated or not, and number of specimens obtained, valid and pre-test failed, of each group

Group	Preheating	Bond strength	Valid	Pre-test Failure	Total
		Mean (SD)	[n.(%)]	[n.(%)]	[n(%)]
GI	No	12.98 (6.93) ^A	84 (62.2)	51 (37.8)	135 (100)
GII	Yes	12.87 (6.37) ^A	111 (63.5)	40 (26.5)	151 (100)
GIII	No	6.81 (4.24) ^B	48 (47.5)	53 (52.5)	101 (100)
GIV	Yes	8.58 (4.15) ^B	81 (78.6)	22 (21.4)	103 (100)

Different capital letters indicate significant statistical differences ($p < 0.05$).

Figures

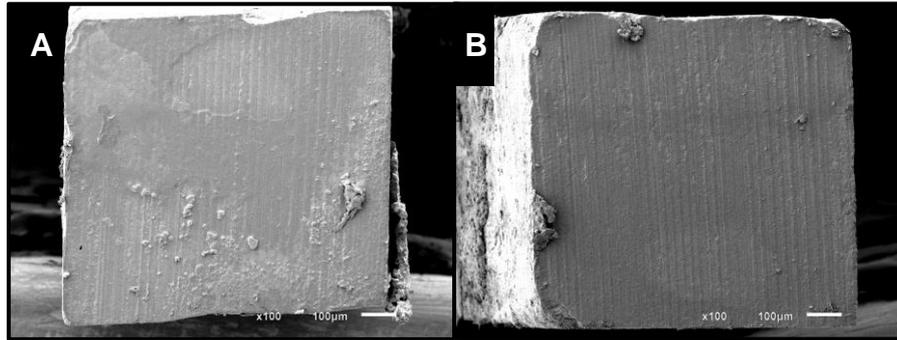


Figure 1. SEM images representative of the adhesive failure of a specimen from group GIV, showing (A) ceramic and (B) dentin faces (100x).