

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG- MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

RONALDO LUÍS ALMEIDA DE CARVALHO

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DO SILANO
SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CIMENTOS RESINOSOS E
UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA**

Juiz de Fora
2013

RONALDO LUÍS ALMEIDA DE CARVALHO

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DO SILANO
SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CIMENTOS RESINOSOS E
UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós -
Graduação Mestrado em Clínica Odontológica,
da Faculdade de Odontologia da Universidade
Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial
para obtenção do grau de Mestre. Área de
concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Hélcio Nagib José Feres Reskalla

Co-orientadora: Profa. Dra. Fabíola Pessôa Pereira Leite

Juiz de Fora
2013

Carvalho, Ronaldo Luís Almeida de.

Avaliação da influência do tratamento térmico do silano sobre a resistência de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática / Ronaldo Luís Almeida de Carvalho. – 2013.

75 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) —Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2013.

1. Odontologia. 2. Materiais dentários. 3. Tratamento térmico. 3. I. Título.

CDU 616.314

RONALDO LUÍS ALMEIDA DE CARVALHO

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DO SILANO
SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CIMENTOS RESINOSOS E
UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA**

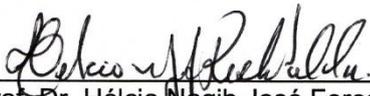
ORIENTADOR: Prof. Dr. Hécio Nagib José Feres Reskalla

COORIENTADORA: Prof.^a Dr.^a Fabíola Pessoa Pereira Leite

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Federal de Juiz de Fora, como parte dos requisitos (parcial) para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica.

Aprovado em 24/01/2013

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Hécio Nagib José Feres Reskalla
Doutor do Departamento de Odontologia Restauradora
Faculdade de Odontologia – UFJF



Prof.ª Dr.ª Fabíola Pessoa Pereira Leite
Doutora do Departamento de Odontologia Restauradora
Faculdade de Odontologia – UFJF



Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara
Doutor do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP

DEDICATÓRIA

À Deus, Nosso criador, minha fonte de vida! Por estar sempre me protegendo e abençoando. Por colocar na minha vida a família única e maravilhosa que eu tenho, por me guiar, me mostrando os caminhos que devo percorrer e por estar sempre me iluminando ao longo de minha vida. Pois sozinho eu nada sou!

Aos meus Pais Ronaldo e Maria, que são minha fortaleza, meu porto seguro, sempre me dando amor e muita força para continuar nesta caminhada. Vocês são tudo para mim! Admiro e Amo muito vocês!! Obrigado por tanta coragem, incentivo, vibração com cada conquista minha, por mais simples que fosse. Tudo o que eu sou devo a vocês, muito obrigado!

À minha irmã Zaira, agradeço a você pela amizade que temos e por estar sempre ao meu lado em todas as horas me dando apoio e carinho, sempre pronta para me ajudar. Te amo muito! Você é muito importante para mim! Esta conquista também é sua!

Ao meu irmão Ronald e aos meus sobrinhos e afilhados Péricles Vitor, Arthur Henrique e João Gabriel, por estarem sempre presentes em minha vida. Amo Vocês!

AGRADECIMENTOS

À toda a minha família, pelo aconchego e carinho, e por participarem junto comigo desta etapa da minha vida. Muito Obrigado!

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, por ter me dado a oportunidade de estar em uma das melhores Universidades públicas do país.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Hélcio Nagib José Feres Reskalla, por ser para mim um exemplo de profissional na área da Reabilitação Oral. Obrigado por ter me acolhido.

À minha co-orientadora, Prof^a. Dr^a. Fabíola Pessoa Pereira Leite, pelos ensinamentos, amizade, compreensão, carinho e bom humor. Por todo o incentivo e orientação. Muito Obrigado por um convívio tão agradável! Obrigado por compartilhar comigo desta etapa tão importante da minha vida. Te admiro muito!

À coordenadora do curso de Pós-Graduação Mestrado em Clínica Odontológica, Prof^a. Dr^a. Maria das Graças Afonso Miranda Chaves, por quem eu tenho muita admiração, e por ter me recebido tão bem e me dado apoio nos momentos em que mais precisei. Muito obrigado por tudo!

À Michelly Rocha, aluna de iniciação científica e com quem dividi grande parte do tempo neste período de Mestrado, obrigado pelo companheirismo, carinho e apoio, pois com sua companhia as dificuldades enfrentadas pareciam mais suaves.

À Prof^a. Dr^a. Anamaria Pessoa Pereira Leite, pelas horas de convívio ao seu lado. Muito obrigado pela amizade e pelas conversas conselheiras.

Ao diretor desta Faculdade, Prof. Dr. Antônio Márcio Resende do Carmo, a quem admiro muito. Obrigado pelo apoio e por sempre estar torcendo por mim.

À Vice-Diretora desta Faculdade, Profª. Drª. Marília Nalon Pereira, pelo carinho e pela amizade.

Ao Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara (UNESP – São José dos Campos), por ter aceitado participar da minha banca. Obrigado pelo carinho e atenção com os quais sempre me acolheu!

Ao Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra (UNESP – São José dos Campos) e Prof. Dr. Júlio César Brigolini de Faria (UFJF), pela amizade e disposição em me ajudar.

Aos amigos Daiana Viana, Monize Carelli, Danielle Toledo, Fernanda Nathália, Natália Oliveira, Lílian Guedes, Beatriz Nunes, Carlos Aguiar, Leandro Carvalho, Beatriz Netto, por estarem sempre dispostos a me ajudar, mostrando preocupação e atenção comigo. Obrigado por tudo!

Aos Mestrandos Mariane Lopes, Ignácio Mello, Fabiano de Landa, Patrícia Lima, Yasmine Mota, Elissa Rocha, Vivian Paschoalino, agradeço pelo agradável convívio e apoio.

Aos Doutorandos Rodrigo Furtado e Caroline Cotes (UNESP – São José dos Campos), pela disposição e ajuda na realização desta pesquisa.

À Família Ministério Universidades Renovadas, com quem dividi momentos de muita alegria e por serem minha fortaleza nas dificuldades enfrentadas.

À Wanessa Alonso, secretária do PPG-Mestrado em Clínica Odontológica, pela alegria e energia positiva com que sempre nos recebe.

À 5ª turma do Mestrado em Clínica Odontológica, obrigado pelo convívio, foram muitos momentos de alegria, vou sempre me lembrar de vocês.

... vocês fazem parte dessa vitória,

A todos, o meu reconhecimento e agradecimento!

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar três hipóteses: H0- O tratamento térmico do silano e o tipo de cimento resinoso não influencia na resistência de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática; H1- O tratamento térmico do silano influencia na resistência de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática; H2- O cimento resinoso influencia na resistência de união de uma cerâmica feldspática. Foram confeccionados 30 blocos cerâmicos (VITA Mark II, Zahnfabrik), os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master, Wilcos). Os blocos foram divididos em 6 grupos (n=5) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: ASCp- Ácido fluorídrico 10% + silano + Panavia F; ASTCp- Ácido fluorídrico 10% + silano + tratamento térmico (forno) + Panavia F; STCp- Silano + tratamento térmico (forno) + Panavia F; ASCr- Ácido fluorídrico 10% + silano + RelyX ARC; ASTCr- Ácido fluorídrico 10% + silano + tratamento térmico (forno) + RelyX ARC; STCr- Silano + tratamento térmico (forno) + RelyX ARC. Para realização do tratamento térmico do silano foi utilizado forno sob temperatura de 100 °C durante 2 minutos. Cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente em resina composta, utilizando o cimento resinoso respectivo ao seu grupo, sob a carga constante de 750g. Cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado e os corpos de prova foram analisados por meio do teste mecânico de microtração. Os valores de resistência de união e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: ASCp ($25,47 \pm 9,34^a$); ASTCp ($33,04 \pm 10,65^b$); STCp ($13,76 \pm 8,82^c$); ASCr ($24,80 \pm 7,99^a$); ASTCr ($23,84 \pm 7,16^a$); STCr ($11,41 \pm 11,71^c$). Os testes ANOVA e Post Hoc foram aplicados. Com os resultados deste estudo, pode-se concluir: A hipótese H0 foi rejeitada; A hipótese H1 foi parcialmente aceita, pois o tratamento térmico do silano proporcionou maiores valores médios de resistência de união desde que seja realizado em associação com o condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, independente do cimento resinoso testado; A hipótese H2 foi parcialmente aceita, pois o cimento com MDP apresentou valor médio de resistência de união estatisticamente superior ao cimento convencional, quando foi realizado o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% previamente ao tratamento térmico do silano.

Palavras chave: Tratamento térmico. Cerâmica. Resistência a Microtração.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate three hypotheses: H0- Heat treatment of silane and resin cement type does not influence the bond strength of resin cements and a feldspathic ceramic; H1- Heat treatment of silane influences the bond strength between cements resin and a feldspathic ceramic; H2- The resin cement influences the bond strength of a feldspathic ceramic. Thirty blocks were fabricated using a ceramic (VITA Mark II, Zahnfabrik), which were duplicated in composite resin (W3D Master, Wilcos). The blocks were divided into 6 groups (n = 5) in accordance with the following surface treatments: ASCp- Hydrofluoric acid 10% + silane + Panavia F; ASTCp- Hydrofluoric acid 10% + silane + heat treatment (furnace) + Panavia F; STCp- Silane + heat treatment (furnace) + Panavia F; ASCr- Hydrofluoric acid 10% + silane + RelyX ARC; ASTCr- Hydrofluoric acid 10% + silane + heat treatment (furnace) + RelyX ARC; STCr- Silane + heat treatment (furnace) + RelyX ARC. To perform the heat treatment silane was used furnace under temperature of 100 ° C for 2 minutes. Then each ceramic block conditioning was already attached to its corresponding composite resin, using a resin cement to its respective group, under the constant load of 750g. Each set ceramic / cement / composite resin was sectioned and the specimens were analyzed by microtensile mechanical test. The bond strength values and standard deviations (MPa) for the groups were: ASCp (25.47 ± 9.34^a); ASTCp (33.04 ± 10.65^b); STCp (13.76 ± 8.82^c); ASCr (24.80 ± 7.99^a); ASTCr (23.84 ± 7.16^a); STCr (11.41 ± 11.71^c). ANOVA and Post Hoc were applied. With the results of this study, we can conclude: The hypothesis H0 was rejected; H1 hypothesis was partially accepted because the heat treatment of the silane led to the highest average bond strength provided it is conducted in association with the hydrofluoric acid etching 10%, independent of the resin cement tested; H2 hypothesis was partially accepted because the cement with MDP averaged bond strength statistically superior to conventional cement when the conditioning was conducted with 10% hydrofluoric acid prior to the heat treatment of silane.

Keywords: Heat treatment. Ceramics. Microtensile Strength.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Bloco de cerâmica posicionado na máquina de corte -----	53
Figura 2: Delineador adaptado -----	57
Figura 3: Conjunto cerâmica-cimento-resina antes da inclusão em resina acrílica-	57
Figura 4: Conjunto cerâmica-cimento-resina incluído em resina acrílica -----	57
Figura 5: Vista aproximada dos primeiros cortes -----	58
Figura 6: Fotografia após o giro com 90° para obtenção de novos cortes -----	59
Figura 7: Espécime colado ao dispositivo do ensaio de microtração -----	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Tabela demonstrativa do nome comercial, fabricante, composição química e número do lote dos materiais utilizados no estudo -----	52
Tabela 2: Divisão dos grupos do estudo -----	55
Tabela 3: Média e desvio padrão dos valores de resistência de união (MPa) obtidos para os diferentes métodos de condicionamento -----	62
Tabela 4: Número de falhas pré-teste e número de espécimes testados para os diferentes tipos de tratamento de superfície -----	63

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	16
2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS - ASPECTOS GERAIS	16
2.2 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	18
2.3 AGENTE DE UNIÃO SILANO	31
2.4 CIMENTOS RESINOSOS	41
2.5 ENSAIOS MECÂNICOS	44
3 PROPOSIÇÃO	50
4 MATERIAIS E MÉTODOS	51
4.1 MATERIAL	51
4.2 OBTENÇÃO DOS BLOCOS EM CERÂMICA	51
4.3 CONFECÇÃO DOS BLOCOS EM RESINA	52
4.4 DELINEAMENTO DOS GRUPOS DO ESTUDO	53
4.5 CIMENTAÇÃO DA CERÂMICA À RESINA COMPOSTA	54
4.6 PREPARO DOS CORPOS DE PROVA	55
4.7 ENSAIO MECÂNICO DE MICROTRAÇÃO	59
4.8 ANÁLISES COMPLEMENTARES	61
5 RESULTADOS	62
6 DISCUSSÃO	65
7 CONCLUSÕES	70
REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas, na maioria dos casos, constituem o material de eleição em trabalhos restauradores estéticos, uma vez que apresentam algumas propriedades como: alta resistência à compressão e abrasão, estabilidade química, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis, translucidez, fluorescência e coeficiente de expansão térmica próximo ao da estrutura dentária (ANUSAVICE, 2005; CARVALHO et al., 2012; DELLA BONA, 2009; GOMES et al., 2008).

Os sistemas cerâmicos tiveram suas propriedades mecânicas e estéticas recentemente aprimoradas principalmente quando se refere aos sistemas cerâmicos CAD/CAM, introduzidos na odontologia em 1970 por Duret (sistema CAD/CAM de Duret). Os sistemas CAD/CAM usam blocos cerâmicos pré-fabricados para confeccionar restaurações livres de metal, que apresentam uma estética natural, são biocompatíveis, duráveis e relativamente resistentes a fratura. Essas características ocorrem devido ao fato desses blocos cerâmicos pré-fabricados serem homogêneos e compactos. Dentre os vários tipos de blocos cerâmicos pré-fabricados usados para restaurações cerâmicas, os blocos de cerâmica vítrea (feldspática convencional) são os mais comumente usados para a confecção de restaurações parciais do tipo onlays, inlays, overlays, facetas laminadas e para restaurações livres de metal em dentes anteriores (SOUZA et al., 2011).

A cerâmica feldspática foi a primeira a ser empregada na Odontologia e também é conhecida como cerâmica convencional ou tradicional. É essencialmente uma mistura de feldspato de potássio ($K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$) ou feldspato de sódio ($Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2$) e quartzo (SiO_2). Esses componentes são aquecidos a altas temperaturas (1200 – 1250°C), e a fusão incongruente do feldspato leva à formação de um vidro líquido e de cristais de leucita ($K_2O.Al_2O_3.4SiO_2$) (CONCEIÇÃO, 2005). Deste modo, são classificadas como cerâmicas ácido-sensíveis, ou seja, sofrem degradação da superfície pelo ácido fluorídrico (AFL) a 10% criando um padrão topográfico que favorece a retenção micromecânica (AIDA, HAYAKAWA e MIZUKAWA, 1995; AYAD, FAHMY e

ROSENSTIEL, 2008; BRENTEL et al., 2007). São caracterizadas por uma matriz amorfa vítrea que consiste de uma rede aleatória de sílica reticulada em um arranjo tetraédrico, incorporado em quantidades variando de feldspato não dissolvido e os cristais leucita. O AFL reage com a matriz vítrea e forma hexafluorosilicatos, uma vez que a matriz vítrea foi parcialmente removida, a estrutura cristalina é exposta, criando um relevo de superfície com fendas, sulcos e microporos. Por conseguinte, a superfície da cerâmica é descontaminada e se torna áspera, auxiliando a retenção micromecânica (CANAY, HERSEK e ERTAN, 2001; CHEN, MATSUMURA e ATSUTA, 1998; DILBER et al., 2012; LEITE, 2005; ÖZCAN e VALLITTU, 2003; QUEIROZ et al., 2012a; SARAÇOGLU, CURA e ÇÖTERT, 2004; VALANDRO et al., 2005).

Antes da cimentação adesiva, recomenda-se o uso de substâncias químicas como o silano, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, que propicia uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente de união aplicado sobre a superfície cerâmica por meio de uniões siloxanas (DELLA BONA et al., 2004; BRENTEL et al., 2007; QUEIROZ et al., 2012b). A união química promovida pelo agente silano é o principal mecanismo de adesão de cerâmicas feldspáticas a cimentos resinosos. Soma-se a isso, o fato do silano aumentar a energia de superfície do substrato cerâmico e melhorar o molhamento do cimento, otimizando, a interação microscópica entre este e a cerâmica (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995). Para melhorar as propriedades do agente silano, previamente à cimentação adesiva, sugere-se atualmente, a realização do tratamento térmico do silano. Após a silanização da restauração protética, a mesma seria levada a um forno por 2 minutos a 100°C. Este tratamento possibilita a eliminação de água, álcool e outros bioprodutos da superfície cerâmica silanizada, além de ajudar a completar a reação de condensação entre a sílica e o silano, promovendo a formação de uma ligação covalente na interface cerâmica-silano, tornado-a, desse modo, mais efetiva e resistente (CARVALHO et al., 2011; FABIANELLI, et al. 2010; HOOSHMAND, VAN NOORT e KESHVAD, 2002; MOHARAMZADEH et al., 2008).

A cimentação de uma restauração protética é o último passo de um tratamento reabilitador, sendo importante que os cimentos resinosos apresentem menor solubilidade no meio bucal, maior resistência à flexão, estética favorável e melhor efetividade de união

a diferentes substratos quando comparados a outros agentes cimentantes (BOTTINO et al., 2009). Os cimentos resinosos são compostos por uma matriz de Bis-GMA (Bisfenol A-glicidil metacrilato) ou UEDMA (uretano dimetacrilato) em combinação com outros monômeros de menor peso molecular, como o TEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato). A adoção de grupamentos funcionais hidrofílicos, HEMA (hidroxietil metacrilato) e 4-META (4-metacriloxietil trimelitano anidro), modificou a composição orgânica do cimento resinoso e possibilitou a união com a estrutura dentária. Existem no mercado vários tipos de cimentos resinosos com composições variadas. Estes materiais são basicamente, resina composta com viscosidade adequada para a cimentação, podendo apresentar reação de polimerização ativada por luz, química ou por ambas as formas (DE GOES et al., 1998). Foram desenvolvidos cimentos resinosos que apresentam monômeros-fosfatos (10-metacrilóiloxidecil diidrogênio fosfato = MDP) em sua composição, sendo um deles o Panavia F (Kuraray-Japão) (VERSLUIS et al., 1997). A utilização de cimentos resinosos contendo MDP proporciona uma união química estável, resistente à degradação hidrolítica. Isso acontece porque esses monômeros se ligam fortemente a óxidos metálicos da superfície cerâmica por meio de pontes de hidrogênio e, conseqüentemente, valores de resistência de união maiores em relação a outros cimentos convencionais são obtidos (KERN et al., 2004; LEITE et al., 2008; SOARES et al., 2009).

A escolha de testes padronizados e que concentre suas forças na zona adesiva são fatores fundamentais quando se pretende avaliar a resistência de união de diferentes materiais (SANO et al., 1994). O teste de tração convencional apresenta os inconvenientes da distribuição não uniforme de forças pela zona adesiva e a dificuldade de alinhamento do corpo-de-prova (VAN NOORT et al., 1989). O teste de cisalhamento apresenta a concentração das tensões no substrato e não na zona adesiva (VERSLUIS et al., 1997; DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000). O teste de microtração viabiliza análises por microáreas de um mesmo corpo-de-prova e uma melhor distribuição das tensões pela zona adesiva (DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000; FABIANELLI et al., 2010; PASHLEY et al., 1999; PHRUKKANON, BURROW e TYAS, 1998; SHONO et al., 1999; SANO et al., 1994).

Diante do assunto exposto e com o objetivo de tornar a cimentação de restaurações cerâmicas mais previsível, viabilizando um novo e mais efetivo protocolo de

cimentação, torna-se necessário investigar se o tratamento térmico do silano influencia na resistência de união entre cimentos resinosos com diferentes composições químicas e uma cerâmica feldspática.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS – ASPECTOS GERAIS

A cerâmica odontológica pode ser considerada uma habilidade que foi desenvolvida ao longo dos anos por meio de treinamentos e experiências. Desde sua introdução na Odontologia, as cerâmicas têm merecido atenção e destaque, e a principal razão para isso é que dificilmente algum outro material consegue reproduzir a beleza e a naturalidade como as cerâmicas (CONCEIÇÃO, 2005).

Na virada do século XIX para o XX, houve um grande entusiasmo pela confecção de restaurações cerâmicas, sendo dispensada grande atenção a esse material. Isso ocorreu pelo fato de a cerâmica feldspática, a única existente na época, apresentar características desejáveis como substituta dos dentes naturais, como translucidez, estabilidade química, coeficiente de expansão térmica próximo ao da estrutura dentária, baixa condutividade térmica, compatibilidade biológica e alta resistência à compressão (CONCEIÇÃO, 2005).

Dentre os diversos tipos de cerâmicas existentes, têm-se as cerâmicas feldspáticas, largamente utilizadas nas restaurações indiretas e facetas laminadas e que apresentam em sua composição dois minerais: o feldspato e o quartzo. O feldspato é unido a óxidos metálicos formando a fase vítrea, enquanto o quartzo compõe a fase cristalina (ANUSAVICE, 2005). A Vita Mark II (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) é uma cerâmica feldspática constituída de SiO₂: 56-64%; Al₂O₃: 20-23%; Na₂O: 6-9%; K₂O: 6-8%; CaO: 0.3-0.6% e TiO₂: 0.0-0.1%, indicada para a confecção de facetas laminadas e restaurações indiretas do tipo inlay, onlay e overlay (SOUZA et al., 2011).

A confecção de restaurações em cerâmica livre de metal tornou-se possível graças ao surgimento da odontologia adesiva e de cerâmicas reforçadas, que apresentam resistência superior a feldspática, possibilitando a confecção de elementos unitários, assim como próteses fixas, dependendo do sistema cerâmico (CONCEIÇÃO, 2005).

Restaurações de cerâmica pura são altamente estéticas uma vez que melhor simulam a aparência da dentição natural, sendo aceitas por profissionais e pacientes devido às suas propriedades estéticas (BORGES et al., 2003). A união entre restaurações cerâmicas e cimento resinoso tem muitos benefícios, incluindo uma melhor retenção, melhor adaptação marginal e resistência à fratura (ATSU et al., 2006; KARA et al., 2012). A compreensão atual da adesão de materiais restauradores odontológicos é baseada em duas teorias fundamentais: adesão química e retenção micromecânica. A primeira teoria baseia-se na adesão química, isto é, as ligações moleculares feitas na interface, e a segunda baseia-se na retenção micromecânica, onde a aderência ocorre como um resultado da interpenetração dos componentes de duas superfícies (DILBER et al., 2012).

A efetividade das restaurações parciais de cerâmica se vincula a procedimentos de cimentação adequados, os quais são dependentes de fatores como: a composição dos materiais cerâmicos, tratamentos de superfície e agentes cimentantes (BOSCATO, 2005; DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; MATINLINNA e VALLITTU, 2007). O tratamento da superfície cerâmica não é padrão para todos os tipos de cerâmicas, ou seja, um tratamento que permite melhores resultados de resistência adesiva de uma cerâmica aos cimentos resinosos pode não permitir o mesmo resultado a outra cerâmica com composição química diferente (BOSCATO, 2005).

Esta informação indica que a superfície interna da restauração cerâmica deve ser tornada áspera para otimizar a retenção micromecânica do cimento. O tratamento de superfície de cerâmicas ácido-sensíveis cria microporosidades sobre a superfície de porcelana, aumentando o potencial de retenção mecânica do cimento (BORGES et al., 2003) Diversas técnicas têm sido relatadas para facilitar mecanicamente a união cimento-cerâmica, a fim de aumentar a força de união do cimento resinoso à superfície interna da cerâmica. Abrasão da superfície interior de uma restauração com AFL e aplicação de um agente de união silano é um procedimento bem conhecido e recomendado para aumentar a força de ligação (OZCAN e VALLITTU, 2003).

Cerâmicas são caracterizadas por uma matriz amorfa vítrea que consiste de uma rede aleatória de sílica reticulada em um arranjo tetraédrico, incorporado em quantidades variando de feldspato não dissolvido e os cristais leucita. O AFL reage com a matriz vítrea e forma hexafluorosilicatos, uma vez que a matriz vítrea foi parcialmente removida, a estrutura cristalina é exposta, criando um relevo de superfície com fendas, sulcos e microporos. Por conseguinte, a superfície da cerâmica é descontaminada e se torna áspera, auxiliando a retenção micromecânica (DILBER et al., 2012).

Segundo Bottino (2009), o tratamento da superfície cerâmica não é padrão para todos os tipos de cerâmicas, ou seja, um tratamento que permite melhores resultados de resistência adesiva de uma cerâmica aos cimentos resinosos pode não permitir o mesmo resultado a outra cerâmica com composição química diferente. Os cimentos resinosos apresentam menor solubilidade no meio bucal, maior resistência à flexão, estética favorável e melhor efetividade de união a diferentes substratos quando comparados a outros agentes cimentantes. O condicionamento com AFL cria um padrão micro-morfológico na superfície cerâmica, o que parece ter significativa influência na formação e manutenção na adesão química e mecânica aos materiais resinosos, pois além de criar micro-poros que facilitam a interligação com polímeros de baixa viscosidade como os cimentos resinosos, também modificam a molhabilidade da superfície cerâmica, promovendo maior proximidade ou contato das resinas à superfície cerâmica.

2.2 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE

As próteses livres de metal confeccionadas de cerâmica feldspática, como onlays, inlays, facetas laminadas e cobertura de coroas, ganharam popularidade por apresentarem uma estética superior às restaurações metalocerâmicas (SHIU et al., 2007) No entanto, essas restaurações são frágeis, e na maioria das situações precisam ser

unidas a uma estrutura dentária por meio de um cimento resinoso. O desempenho clínico de próteses a base de cerâmicas feldspáticas dependem substancialmente das propriedades adesivas do cimento resinoso que é usado na cimentação (AKYIL et al., 2011).

O AFL tem a capacidade de condicionar várias cerâmicas. Atua preferencialmente com a sílica (SiO_2) da fase vítrea da cerâmica para formar hexafluorsilicatos, e uma vez que a matriz vítrea foi parcialmente removida, a estrutura cristalina é exposta, criando um relevo de superfície com fendas, sulcos e microporos, auxiliando a retenção micromecânica (CANAY, HERSEK e ERTAN, 2001; CHEN, MATSUMURA e ATSUTA, 1998; DILBER et al., 2012; LEITE, 2005; ÖZCAN e VALLITTU, 2003; SARAÇOĞLU, CURA e ÇÖTERT, 2004; VALANDRO et al., 2005). O condicionamento com AFL é apenas efetivo sobre as cerâmicas que tenham quantidade considerável de SiO_2 (óxido de silício) na sua composição, como é o caso das cerâmicas feldspáticas e os vidros ceramizados. Portanto, as cerâmicas reforçadas com alto conteúdo de alumina não são passíveis de serem condicionados pelo AFL, visto que a In-Ceram contém somente 4,5% de SiO_2 no vidro que infiltra a estrutura porosa de alumina, assim como a Procera e a Cercon Zircônia, que são compostos somente por alumina e zircônia, respectivamente. O tempo de condicionamento para obtenção de uma topografia superficial favorável à retenção micromecânica varia de acordo com o material cerâmico. Segundo Chen, Matsumura e Atsuta (1998), dois minutos de condicionamento da cerâmica feldspática proporcionam os maiores valores de resistência de união com os agentes resinosos. Já para a cerâmica IPS Empress e Cergogold, o fabricante recomenda 60 segundos; para a IPS Empress II, apenas 20 segundos, tempo suficiente para remover a matriz vítrea e expor os cristais de dissilicato de lítio.

Nas cerâmicas passíveis de condicionamento pelo AFL, estudos mostram que esse tratamento proporciona superfície mais microrretentiva para o agente resinoso em comparação com as superfícies somente jateadas sendo classificadas como cerâmicas ácido-sensíveis (BOTTINO et al., 2009), ou seja, sofrem degradação da superfície pelo AFL a 10% criando um padrão topográfico que favorece a retenção micromecânica (AIDA, HAYAKAWA e MIZUKAWA, 1995; AYAD, FAHMY e ROSENSTIEL, 2008; BRENTTEL et al., 2007).

A superfície interna adesiva de uma restauração cerâmica deve ser tratada para promover a união com o cimento resinoso. Dois procedimentos adesivos são geralmente descritos: 1) adesão mecânica promovida por ataque ácido ou abrasão da superfície cerâmica por meio de partículas em suspensão e 2) ligação química promovida por um agente de união silano (BRUM et al., 2011).

O condicionamento com AFL altera a superfície da vitrocerâmica por dissolução sua fase vítrea (MEYER FILHO et al., 2004). Este processo cria irregularidades na superfície e aumenta a área de contato entre o sistema adesivo e as cerâmicas. As superfícies ásperas aumentam a retenção mecânica, permitindo que o silano preencha as irregularidades da superfície criadas pelo AFL (SARAÇOGLU, CURA e ÇÖTERT, 2004).

A superfície das restaurações cerâmicas puras são ásperas e, assim, fornecem um grau de retenção mecânica inerente. A padronização das superfícies de materiais cerâmicos, com lixas de carboneto de silício e pastas diamantadas em alguns estudos anteriores (AYAD, FAHMY e ROSENSTIEL, 2008; DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000) foi destinado a remover qualquer retenção mecânica preexistente que poderia interferir com uma resistência de união. Este tratamento produz uma cerâmica com superfície polida e plana, permitindo que o efeito de condicionamento com AFL ou o efeito abrasivo de jateamento com óxido de alumínio na resistência de união entre o cimento resinoso e de cerâmica sejam determinadas separadamente. No entanto, uma superfície cerâmica totalmente plana e polida não reflete a situação clínica real no consultório odontológico, em que uma cerâmica é adesivamente cimentada em um dente preparado (BRUM et al., 2011).

Superfícies cerâmicas condicionadas com AFL seguidas da aplicação de agente de união silano, são utilizadas frequentemente para aumentar a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso (SHIU et al., 2007; MELO, VALANDRO e BOTTINO, 2007; AKIL et al., 2010). A silanização após o condicionamento ácido aumenta a energia superficial e o escoamento do cimento sobre o substrato da cerâmica, sendo que ambos alteram o ângulo de contato entre a superfície cerâmica e o cimento (BARGHI, 2000; BRETEL et al., 2007).

O condicionamento adesivo de restaurações cerâmicas tornou-se o tratamento de escolha para restaurações estéticas anteriores. A resistência de união da resina composta à cerâmica devidamente condicionada e silanizada excede a força coesiva da porcelana. Embora a união seja realizada apenas na superfície condicionada, a cimentação da cerâmica é conseguida tanto mecanicamente através do condicionamento ácido e quimicamente através da utilização de um agente de união silano. A Literatura indica a silanização da cerâmica, a qual proporciona uma ligação mais fiel do que somente utilizando o condicionamento com AFL, embora a combinação dos dois seja recomendado (BARGHI et al., 2000).

Chen, Matsumura e Atsuta (1998) avaliaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento nas mudanças microestruturais da cerâmica Cerec 2 (VITA) e na resistência de união entre esta e a resina composta. Foram confeccionadas 54 amostras retangulares (10 x 8 x 2,5mm) e 48 amostras cilíndricas (8 x 2,5mm) da cerâmica, sendo divididas em seis grupos de nove unidades retangulares e oito cilíndricas. Após o desgaste com lixa de granulação 600, as superfícies a serem unidas foram condicionadas com AFL à 5% por 0, 5, 30, 60, 120 e 180 segundos para os grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6, respectivamente, seguido de lavagem com água por 1 minuto, limpeza em ultra-som com água destilada por 5 minutos e secagem com jato de ar por 30 segundos. Uma amostra retangular de cada grupo foi preparada para observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Uma fita adesiva com orifício de 5mm de diâmetro foi fixada no centro de cada amostra retangular para padronizar a área de união e a espessura de 50mm do cimento resinoso. Uma fina camada de cimento resinoso foi aplicada na área de união da amostra retangular e sobre a amostra cilíndrica, sendo as duas superfícies unidas com uma carga de 5N. O excesso de cimento foi removido e realizada a fotopolimerização em duas direções opostas por 40 segundos cada. Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada à 37°C por 24 horas e submetidos ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5mm/min. As falhas foram analisadas em microscópio ótico. A microscopia eletrônica de varredura evidenciou que a cerâmica condicionada por 120 e 180 segundos apresentou-se mais rugosa e com micro-retenções mais profundas. Os resultados mostraram que dentro da variação de 0 a 120 segundos, quanto maior o tempo de condicionamento, maior a resistência de união, sendo a maior média obtida quando a cerâmica foi condicionada por 120 segundos (43MPa). O

condicionamento por 180 segundos, entretanto, resultou em diminuição da resistência de união (40MPa), não sendo estatisticamente diferente do grupo condicionado por 120 segundos. Nos grupos 4, 5 e 6, as falhas foram predominantemente coesivas na cerâmica. Os autores concluíram que os valores de resistência de união correspondem diretamente às mudanças micro-estruturais na superfície da cerâmica condicionada pelo AFL. Os valores de resistência de união maiores que 30MPa foram geralmente encontrados quando a porcelana foi atacada com AFL a 5% por um tempo maior que 30 segundos.

Canay, Hersek e Ertan (2001) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar por meio do MEV a superfície da porcelana condicionada com AFL e flúor fosfato acidulado e verificar os efeitos do tempo de condicionamento ácido, uso do silano e da limpeza com ultra-som por EDS. Foram confeccionados 24 discos de 7mm de diâmetro por 3mm de altura da cerâmica *Ceramco II* (Dentsply). Após a preparação das amostras, as mesmas foram armazenadas em água à 37°C por 24 horas, e em seguida foram divididas em três grupos (n=8): a) no primeiro grupo foi realizado o condicionamento com flúor fosfato acidulado em gel 1,23% por 10 minutos; b) no segundo foi realizado o ataque com AFL 9,5% por 1 minuto e c) no terceiro grupo foi realizado o ataque com AFL 9,5% por 4 minutos. Em cada grupo, quatro amostras após terem sua superfície condicionada, receberam jato de ar/água por 10 segundos e as outras quatro após o ataque ácido foram colocadas em banho ultra-sônico por 1 minuto. Duas amostras de cada grupo foram silanizadas. No final foram obtidos 12 grupos: a) grupo 1: 10 minutos de flúor fosfato acidulado + lavagem com jato de ar/água; b) grupo 2: 10 minutos de flúor fosfato acidulado + lavagem com jato de ar/água + silano; c) grupo 3: 10 minutos de flúor fosfato acidulado + limpeza em ultra-som ; d) grupo 4: 10 minutos de flúor fosfato acidulado + limpeza em ultra-som + silano; e) grupo 5: condicionamento com AFL por 1 minuto + lavagem com jato de ar/água; f) grupo 6: condicionamento com AFL por 1 minuto + lavagem com jato de ar/água + silano; g) grupo 7: condicionamento com AFL por 1 minuto + limpeza em ultra-som ; h) grupo 8: condicionamento com AFL por 1 minuto + limpeza em ultra-som + silano; i) grupo 9: condicionamento com AFL por 4 minutos + lavagem com jato de ar/água; j) grupo 10: condicionamento com AFL por 4 minutos + lavagem com jato de ar/água + silano; k) grupo 11: condicionamento com AFL por 4 minutos + limpeza em ultra-som ; l) grupo 12: condicionamento com AFL por 4 minutos + limpeza em ultra-

som + silano. Na primeira parte da pesquisa foi realizado um estudo das características topográficas da superfície atacada por AFL e pelo flúor fosfato acidulado pela análise das imagens obtidas no MEV. Na segunda parte foi realizado um estudo de difração óptica de raio-X para se avaliar se houve alguma mudança na distribuição dos elementos químicos das amostras. O efeito do banho em ultra-som e da aplicação do silano foi avaliado também. Houve uma diferença notável na topografia cerâmica com relação ao tipo de ácido e ao tempo de ataque ácido. A superfície atacada com flúor fosfato acidulado mostrou-se relativamente homogênea em comparação com a do AFL, nesta última pôde-se notar a presença de microporos e lacunas. O padrão topográfico do ataque do AFL se mostrou mais agressivo e característico. As lacunas e os canais mostraram-se mais largos e profundos nas amostras atacadas por 4 minutos do que nas atacadas por 1 minuto. Observou-se por meio do MEV, a presença de uma fina camada de precipitado cristalino que após o banho em ultra-som foi removida. Pela análise química por energia dispersiva (EDS) notou-se que houve uma diminuição na concentração de silício, alumínio, cálcio e sódio na zona atacada. Esse decréscimo foi mais evidente nas amostras atacadas com AFL por 4 minutos. O pico do flúor nas amostras atacadas com AFL por 4 minutos foi maior que por 1 minuto. Os autores concluíram com relação à qualidade do ataque com AFL que o tempo de 1 minuto mostrou-se adequado, pois, apesar do maior tempo produzir mais rugosidades na superfície da porcelana, isso pode causar uma concentração de estresse o que pode levar ao aparecimento de falhas na porcelana. E ainda comentaram sobre o tempo de permanência do ácido em boca. A remoção do precipitado com ultra-som foi efetiva.

Leite et al. (2003) avaliaram a resistência de união entre a superfície de uma cerâmica vítrea de di-silicato de lítio (*IPS Empress II, Ivoclar/Vivadent*) e dois cimentos resinosos (*Panavia F, Kuraray e RelyX, 3M*). Foram confeccionados dois blocos de cerâmica para infra-estrutura IPS Empress II com dimensões de 6mm x 6mm x 5mm (recomendações do fabricante), os quais foram duplicados em resina composta (*Clearfil APX, Kuraray*). Uma das faces de cada bloco cerâmico (6mm x 5mm) foi tratada com AFL à 10%, silanizada e cimentada com dois cimentos resinosos, sob carga constante de 750g, à face do bloco de resina composta correspondente. Passado o período de armazenagem (água destilada por sete dias à 37°C), cada conjunto formado por cerâmica, cimento e resina foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras com

dimensões aproximadas de 10mm x 1mm x 1mm e área adesiva de $1 \pm 0,1\text{mm}^2$. Dois grupos (n=10) foram constituídos de acordo com o cimento utilizado: Panavia (G1) e RelyX (G2). Cada amostra foi fixada com cianoacrílico num paquímetro adaptado e acoplado em máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf e velocidade de 0,5 mm/min. Os dados (Mpa) foram submetidos ao teste estatístico paramétrico t de amostras independentes cujos resultados indicaram que o grupo G1 (média = 45,80; DP = 5,21) não diferiu estatisticamente ($t = 1,21$; $gl = 18$; $p\text{-valor} = 0,2412$) do G2 (média = 49,44; DP = 7,91) ao nível de significância de 5%. Pela metodologia aplicada e os resultados obtidos é lícito concluir que os dois cimentos resinosos apresentaram a mesma resistência de união.

Em 2003, Özcan e Vallittu avaliaram o efeito de 3 diferentes métodos de condicionamento de superfície na resistência de união entre um cimento resinoso a base de Bis-GMA e 6 cerâmicas comerciais. Foram utilizados 6 discos cerâmicos (cerâmica vítrea, cerâmica vítrea infiltrada por alumina, cerâmica vítrea infiltrada por zircônia) para cada grupo teste, perfazendo um total de 216 espécimes. Os espécimes em cada grupo foram aleatoriamente submetidos a um tipo de condicionamento: condicionamento com AFL à 9,6%; abrasão por partículas de óxido de alumínio em alta pressão; cobertura com sílica e em seguida cimentados com o auxílio de um molde de polietileno. Os espécimes foram testados em condições secas e de termociclagem (6.000, 5-55°C, 30 s). A resistência de união encontrada entre cimento resinoso e cerâmica foi mensurada por uma máquina de ensaio universal (velocidade 1mm/min.). Em condições a seco, as cerâmicas glaseadas que sofreram ataque ácido exibiram resultados significativamente maiores (26,4 - 29,4 MPa) do que as cerâmicas infiltradas por alumina (5,3 - 18,1 MPa) ou por dióxido de zircônia (8,1 MPa) (ANOVA, $P < 0,001$). O condicionamento aumentou significativamente a resistência de união para cerâmicas altamente aluminizadas (8,5 - 21,8 MPa) e para cerâmicas glaseadas infiltradas por dióxido de zircônia (17,4 MPa) comparada com a abrasão por partículas de óxidos de alumínio sob alta pressão (ANOVA, $P < 0,001$). A termociclagem reduziu a resistência de união significativamente para todos os métodos de condicionamento testados. A resistência de união entre o cimento resinoso, e os métodos de condicionamento das superfícies cerâmicas, variam de acordo com o tipo de cerâmica. O AFL em gel foi mais efetivo nas cerâmicas que possuíam em sua estrutura a matriz glaseada. O jateamento das superfícies cerâmicas

com partículas promoveu um aumento da resistência de união para as cerâmicas altamente aluminizadas e os valores aumentaram significativamente após a cobertura de sílica e a silanização.

Leite et al. (2004) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática reforçada por leucita e dois cimentos resinosos: com e sem MDP. Foram confeccionados quatorze blocos cerâmicos com VITA Omega 900® (VITA), conforme as recomendações do fabricante, com dimensões de 5 x 5 x 5mm, os quais foram duplicados em resina composta W3D MASTER (Wilcos). Uma das faces de todos os blocos cerâmicos foi tratada com AFL a 10% por 3 minutos (Dentsply) e um agente silano (Dentsply) foi aplicado. Os blocos tratados foram aleatoriamente divididos em dois grupos, conforme o cimento resinoso: G1: Panavia F (com MDP) e G2: RelyX (sem MDP). As recomendações dos fabricantes de cada cimento foram seguidas, e a cimentação foi realizada aos blocos correspondentes de resina composta, sob a carga constante de 750g. Após a armazenagem (água destilada / sete dias / 37°C), cada bloco cimentado foi seccionado nos eixos X e Y, obtendo-se aproximadamente dez corpos-de-prova (cps) (área adesiva de $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$) por bloco cimentado. Cada cp foi fixado em um paquímetro adaptado e o teste de microtração foi realizado em uma máquina de ensaio universal (EMIC) com célula de carga de 10 kgf e velocidade de 1mm/min. As médias dos cps de cada bloco foram obtidas (n=7) e submetidas ao teste t-Student cujos resultados indicaram que o G1 ($16,07 \pm 3,61$) não diferiu estatisticamente ($p=0,95$) do G2 ($13,71 \pm 3,33$) ao nível de significância de 5%. Os autores concluíram que o cimento resinoso convencional e o MDP modificado apresentaram resistência adesiva semelhante a cerâmica avaliada.

Estudo *in vitro* realizado por Saraçoglu, Cura e Çöttert (2004) avaliaram por meio de ensaio de cisalhamento, diferentes métodos de condicionamento de superfície cerâmica. Foram fabricadas 90 unidades cerâmicas e cada uma foi formada por dois cilindros de cerâmica unidos por um agente de união. As unidades foram então divididas em nove grupos, contendo 10 unidades cada. Amostras de cada grupo foram condicionadas com um dos seguintes procedimentos: AFL a 4,9% para 10, 20 e 40 segundos; AFL a 9,5% por 10, 20 e 40 segundos; ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos; abrasão por partículas de alumina 50µm; e asperização com brocas

diamantadas. As amostras foram tratadas e então silanizadas e condicionadas com um agente de união de resina composta. Posteriormente foram cimentadas (Opal Luting Composite) submetidos a carga de 500g por 3 minutos. Duas amostras de cada grupo não foram silanizadas, nem condicionadas após o tratamento da superfície, e alterações morfológicas obtidas por diversos tratamentos superficiais foram investigadas por microscopia eletrônica de varredura. A diferença estatisticamente significativa foi observada no teste de cisalhamento entre os grupos preparados com diferentes tratamentos superficiais ($P=0,00$). O AFL pareceu ser o método mais adequado para produzir uma união cerâmica. Tempo de condicionamento e concentração do meio ácido também foram observadas como variantes importantes no prognóstico. O tratamento de superfície com ácido ortofosfórico foi observado como o menos eficaz. Condicionamentos físicos, tais como asperização com broca e partículas de alumina, apresentaram maiores valores de resistência de união em comparação com o ácido ortofosfórico. Porém, em comparação com condicionamento com AFL, em diferentes concentrações e períodos de tempo, apresentaram menores valores de resistência de união. O efeito do agente de união silano não foi considerado neste estudo.

Leite (2005) avaliou duas hipóteses: a) diferentes tempos de condicionamento com AFL não influenciariam nos valores de resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso; b) a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do AFL formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, independentemente do tempo de condicionamento, aumentaria os valores de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso. Foram confeccionados 48 blocos cerâmicos (VM7®), os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master®). Os blocos foram divididos em seis grupos ($n = 8$) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: a) G1 – aplicação do AFL 10% por 20 segundos; b) G2 – AFL 10% por 1 minuto; c) G3 – AFL 10% por 2 minutos; d) G4 – AFL 10% por 20 segundos + ultra-som com água destilada por 4 minutos; e) G5 – AFL 10% por 1 minuto + ultra-som com água destilada por 4 minutos; f) G6 – AFL 10% por 2 minutos + ultra-som com água destilada por 4 minutos. Em seguida, cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso Rely X™ ARC sob carga constante de 750g. Após armazenagem (água destilada sete dias à 37°C), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras que foram fixadas num paquímetro

adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaio universal (EMIC) com célula de carga de 10 Kgf e velocidade de 1,0mm/minuto. Os valores de resistência de união e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: G1: $16,2 \pm 3,48$; G2: $14,7 \pm 1,2$; G3: $17,8 \pm 3,9$; G4: $19,4 \pm 4,2$; G5: $19,2 \pm 0,8$; G6: $20,0 \pm 1,1$. Os diferentes tempos de condicionamento não proporcionaram valores de resistência adesiva estatisticamente diferentes ($P=0,156$) entre os grupos. A eliminação dos precipitados do AFL proporcionou valores de resistência de união adesiva estatisticamente diferente entre os grupos ($P=0.001$) (ANOVA e Teste de Tukey, $P<0.05$). Pela análise dos resultados, a autora concluiu que diferentes tempos de condicionamento AFL não influenciaram os valores de resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso e que a eliminação dos precipitados do AFL após o condicionamento, independentemente do tempo de condicionamento, aumentou os valores de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

Ayad, Fahmy e Rosenstiel (2008) avaliaram o efeito dos tratamentos de superfície na rugosidade e na resistência de união de uma cerâmica prensada (IPS Empress®) aderida ao esmalte/dentina. Para o estudo foram utilizados 100 molares humanos ($n=50$ para esmalte e $n=50$ para dentina) e confeccionados 100 discos de IPS Empress®. Os espécimes foram divididos em 5 grupos ($n=20$, 10 para esmalte e 10 para dentina) de acordo com o tratamento de superfície por 10 segundos: 1) condicionamento com AFL a 9,5%; 2) condicionamento com ácido fosfórico (AFO) 50%; 3) condicionamento com AFO 60%; 4) jateamento com óxido de alumínio $50\mu\text{m}$; 5) jateamento com óxido de alumínio $250\mu\text{m}$. Imediatamente após os tratamentos de superfície, todos os espécimes foram lavados por 10 segundos e limpos durante 5 minutos em cuba ultra-sônica com água destilada. A rugosidade de superfície foi medida com um perfilômetro de superfície. Dois espécimes de cada grupo foram analisados em MEV. Os espécimes de cada grupo foram silanizados e cimentados com Nexus 2® às superfícies do esmalte e da dentina e em seguida, submetidos ao teste de cisalhamento (Instron®) em uma velocidade de $0,05\text{mm/minuto}$. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) revelando diferenças estatisticamente significantes para a rugosidade de superfície e resistência de união ao cisalhamento. A média de rugosidade de superfície (Ra) [SD] foi ($2.54 [0,21]\mu\text{m}$) por superfície cerâmica tratada com óxido de alumínio $50\mu\text{m}$. Os espécimes tratados com AFO 50% resultaram em uma superfície mais lisa ($1.02 [0.38]\mu\text{m}$). A resistência de união ao cisalhamento mais alta para o esmalte ($14.7 [0.6]\text{MPa}$) e dentina ($8.2 [1.5]\text{MPa}$) foi

associada ao condicionamento promovido pelo AFL. As piores médias de resistência de união para o esmalte (2.7 [0.8]MPa) e dentina (1.5 [0.1]MPa) foram obtidas pelo condicionamento com AFO à 50%. Concluíram que a formação de microporos e sulcos provocados pelo condicionamento com AFL resultou na maior resistência de união entre a cerâmica e dentina/esmalte. O AFO mostrou-se como o tratamento de superfície menos efetivo.

Naves et al. (2010) avaliou a influência de diferentes períodos de condicionamento sobre a morfologia da superfície / interface e resistência de união à vitrocerâmica, com ou sem aplicação de uma resina fluida após silano. Discos de cerâmica foram divididos em 12 grupos, definidos pelo tempo de condicionamento com AFL a 10%: G1/G7 - AFL por 10 segundos, G2/G8 - 20 segundos; G3/G9 - 40 segundos; G4/G10 - 60 segundos; G5 / G11 - 120 segundos e G6/G12 - 60 + 60 segundos. Todos os grupos foram silanizados após o condicionamento e G7 - G12 recebeu uma camada de resina fluida após silano. Testes de microcisalhamento foi realizado, com 12 cilindros por grupo. Os dados foram submetidos à ANOVA e o teste de Student-Newman-Keuls ($p < 0,05$). Avaliação das interfaces de corrosão e de união foi conduzido por MEV. As médias de resistência de união (MPa) foram: (19,4 ± 3,5), (22,3 ± 5,1), (22,2 ± 3,2), (17,8 ± 2,1), (15,3 ± 3,0) e (14,3 ± 1,8) para G1-G6 e (17,4 ± 4,8), (21,3 ± 2,1), (21,1 ± 2,3), (24,7 ± 5,8), (20,4 ± 2,2) e (18,5 ± 4,6) para o G7-G12. Condicionamento ineficaz foi detectado depois de 10 segundos de condicionamento; canais de extensiva profundidade foram observados em superfícies condicionadas por 120 e 60 + 60 segundos. Vazios não preenchidos subjacentes a interface cimento-cerâmica foram detectados quando apenas silano foi aplicado. Preenchimento integral das irregularidades no G11 foi detectado quando utilizou-se uma resina fluida. O período de condicionamento influenciou a topografia da superfície / interface e resistência de união para cerâmica.

Pollington, Fabianelli e Van Noort (2010) avaliaram a resistência de união entre um cimento resinoso e duas cerâmicas, a base de dissilicato de lítio e vítrea, submetidas a diferentes métodos de tratamento de superfície. Analisaram a possibilidade de eliminação do ataque ácido dessas cerâmicas. Foram confeccionados 15 blocos para cada cerâmica e submetidos a diferentes métodos de tratamento de superfície: G1: usinada em 60 µm e acabamento; G2: usinado e jateamento; G3 usinada e

condicionamento com AFL. Os blocos cerâmicos foram duplicados em resina composta (Spectrum®) e cimentados com um agente resinoso (Variolink II®). Trinta microamostras por grupo (1,0 × 1,0 × 20 mm) foram obtidas e submetidas a uma força de tração a uma velocidade de 0,5 mm / min utilizando uma máquina universal de ensaios até a ruptura. O modo de falha foi determinado por MEV. Foi avaliado a durabilidade de união por meio de armazenamento em água a 100 ° C por 24 h. As análises estatísticas foram feitas com ANOVA e teste de Tukey (P<0,05). Os resultados encontrados foram que a usinagem só aumentou significativamente resistência de união (MPa) da cerâmica fluorcanasite (27,79 ± 6,94) em comparação com o dissilicato de lítio (13,57 ± 4,52) (P<0,05). O condicionamento com AFL resultou na menor resistência de união (8,79 ± 2,06) para o fluorcanasite, mas maior para o dissilicato de lítio (24,76 ± 9,38). Quanto à durabilidade, o fluorcanasite usinados (15,24 ± 5,46), demonstrou resistência de união significativamente maior do que o dissilicato de lítio usinadas e condicionadas com AFL (12,28 ± 3,30). Concluíram que a superfície interna das cerâmicas fluorcanasite devem manter o acabamento usinado e ser tratada diretamente com silano. O uso do AFL é contra indicado.

Brum et al. (2011) avaliou em um estudo *in vitro* a resistência de união entre resinas e cerâmicas, uma vez que as superfícies usadas em pesquisas têm sido planas para garantir a padronização, no entanto, em pacientes, superfícies de cerâmica são irregulares. O efeito de uma cerâmica polida e não polida na resistência de união precisa ser avaliada. Sessenta espécimes de cerâmica (20x5x2 milímetros) foram confeccionadas e divididas em dois grupos. Um grupo foi lixado folha de carboneto de silício com granulação 220 – 320 – 360 – 400 – 500 – 600 – 1200 – 1500 – 2000 e polido com pasta diamantada de 3, 1, e ¼ µm, o outro grupo não foi nem lixado e nem polido. Os grupos foram divididos em polidos (P) e não polidos (NP) em um total de seis subgrupos: G-PC: Polido controle (sem tratamento adicional), G-PA: polido com condicionamento com AFL (10%, 20 segundos), G-PJ: polido com jateamento com óxido de alumínio (50 µm), G-NPC: não polido controle (sem tratamento adicional), G-NPA: não polido com condicionamento com AFL (10%, 20 segundos), G-NPJ: não polido com jateamento com óxido de alumínio (50 µm). Cilindros de cimento resinoso foram construídos sobre cada espécime. Resistência ao cisalhamento foi medida, e o local da fratura foi analisado. A análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey foram realizadas. G-PA (44,47 ± 5,91

MPa) e G-NPA ($39,70 \pm 5,46$ MPa) tiveram a maior média de resistência de união. G-PJ ($31,05 \pm 8,81$ MPa), G-NPC ($29,11 \pm 8,11$ MPa) e G-NPJ ($26,41 \pm 7,31$ MPa) foram estatisticamente semelhantes, e G-PC ($24,96 \pm 8,17$ MPa) foi o mais baixo. O AFL forneceu a maior resistência de união independentemente do fator da superfície cerâmica ser polida ou não.

O AFL é comumente utilizado para o condicionamento da vitrocerâmica, quer antes da cimentação ou para reparo intra-oral em prótese e dentística restauradora. Özcan et al. (2012) apresentou uma revisão das propriedades químicas do AF usado, destacando os possíveis cuidados de sua utilização. O AFL seletivamente condiciona e dissolve a vitrocerâmica e causa alteração física da superfície, criando retenção micromecânica. A cerâmica é então lavada com jato de água. O AFL gel é melhor removido em um banho de ultra-som. A aplicação do AFL deve ser seguida por agente de união silano. Concentrações de ácido e tempos de ataque variam de acordo com as especificações da cerâmica para receber a adesão do material resinoso. Quando cimentos resinosos são expostos a AFL gel, a monocamada de água pode penetrar através de espaços vazios que seriam preenchidos, desorganizando a rede de siloxano formado a partir da condensação de grupos silanol intermoleculares, que é responsável pela estabilização da interface de união.

Queiroz et al. (2012b) avaliou a influência de diferentes primers na resistência à microtração (resistência adesiva) entre uma cerâmica feldspática e dois compósitos. Quarenta blocos ($6,0 \times 6,0 \times 5,0$ mm³) foram preparados a partir de Vita Mark II. Após o polimento, eles foram divididos aleatoriamente em 10 grupos de acordo com o tratamento superficial: Grupo 1: AFL a 10% (AF) + silano; Grupo 2: CoJet + silano; Grupo 3: AF + Primer Metal / Zirconia; Grupo 4: AF + Clearfil Primer; Grupo 5: AF + Alloy Primer; Grupo 6: AF + V-Primer; Grupo 7: Primer Metal / Zirconia; Grupo 8: Clearfil Primer; Grupo 9: Alloy Primer; Grupo 10: V-Primer. Depois de cada tratamento de superfície, um adesivo foi aplicado e uma das duas resinas compostas foi gradativamente construída. As barras obtidas a partir de cada bloco (área de união: $1,0 \pm 0,2$ mm²) foram armazenados em água destilada a 37 °C durante 30 dias e submetidos a termociclagem (7.000 ciclos; $5/55$ °C ± 1 °C). O teste de resistência de união foi realizado utilizando uma máquina de ensaio universal (1,0 mm / min). Os dados foram analisados por ANOVA e teste de Tukey ($\alpha =$

0,05). Os tratamentos de superfície afetaram significativamente os resultados ($P < 0,05$); não foi observada diferença entre os compósitos ($P > 0,05$). As médias de resistência de união (MPa) foram as seguintes: Grupo 1a = 29,6; grupo 1b = 33,7; Grupo 2a = 28,9; Grupo 2b = 27,1; Grupo 3a = 13,8; Grupo 3b = 14,9; Grupo 4a = 18,6; Grupo 4b = 19,4 ; Grupo 5a = 15,3; Grupo 5b = 16,5; Grupo 6a = 11; Grupo 6b = 18; Grupos 7a até 10b = 0. Embora a utilização de silanos por si só não foi suficiente para forças de união adequadas para a cerâmica feldspática, o condicionamento ácido seguido por qualquer agente de união silano apresentou valores de resistência de união maiores.

2.3 AGENTE DE UNIÃO SILANO

Segundo Conceição (2005) após o jateamento com óxido de alumínio ou aplicação do AFL, é recomendado o uso do silano pelo fato de ele aumentar a união entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do material resinoso aplicado sobre a superfície da cerâmica condicionada. O silano é um monômero no qual o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e a grupos monovalentes hidrolisáveis. Os radicais reativos ligam-se quimicamente com moléculas de resina, como o HEMA e o Bis-GMA existentes em muitos adesivos e cimentos resinosos. Os grupos monovalentes hidrolisáveis unem-se quimicamente com o silício (SiO_2) contido tanto na matriz vítrea como na fase cristalina da cerâmica. Portanto, a união química ocorre em cerâmicas que contêm quantidades consideráveis de silício na sua composição, o que inclui as cerâmicas feldspáticas e as vitrocêramicas. Outro fator importante no aumento da união é a capacidade do silano em promover melhor umedecimento da superfície, levando ao maior contato e à infiltração dos materiais resinosos nas irregularidades causadas na superfície da cerâmica pelo jateamento ou pelo AFL. Diversos agentes de silanização estão disponíveis no mercado, tanto os de frasco único, que já se encontram hidrolisados, como os de dois frascos, em que a hidrólise é obtida momentos antes da aplicação sobre

a cerâmica por meio da mistura do conteúdo de ambos os frascos. Por fim, um cimento resinoso une a estrutura dentária e a superfície da cerâmica em uma unidade. Alguns agentes resinosos que apresentam na sua composição monômeros fosfatados, como o Panavia F (Kuraray), que contém o monômero 10-MDP. Esses monômeros apresentam uma maior afinidade com os óxidos metálicos, no caso a alumina presente em grandes concentrações nessas cerâmicas, o que proporciona maiores valores de resistência de união em comparação com um agente resinoso à base de Bis-GMA.

Para obter o máximo de proveito de uma superfície condicionada, o cimento precisa de escoamento suficiente para se infiltrar completamente nas irregularidades da cerâmica. A maioria dos fabricantes recomendam o uso de cimentos resinosos diretamente sobre a superfície interna da cerâmica silanizada. No entanto, mantém-se questionável se o agente de união silano e o cimento são eficientes no escoamento sobre a superfície, preenchendo todas as irregularidades quando longos períodos de condicionamento são utilizados. Isto é especialmente uma preocupação, dado que as superfícies internas das restaurações indiretas são comumente irregulares. Embora alguns clínicos apliquem uma fina camada de resina fluida após o silano, a literatura atual ainda precisa de informação sobre esta abordagem para fins de cimentação. É possível que a utilização deste material de baixa viscosidade iria melhorar a adaptação de substratos ao longo da interface de cerâmica-cimento, assim como as forças de união, mas estes efeitos ainda requerer uma investigação (NAVES et al., 2010).

A policondensação de monômeros bifuncionais de silano com a fórmula geral de (R-O-) 3-Si-O-R, sendo R a primeira e O-R a segunda funcionalidade do silano, podem fornecer uma ligação extremamente cruzada e uma camada reativa de poliorganossiloxano à cerâmica. No entanto, a sua degradação hidrolítica ainda é motivo de preocupação. Portanto, as tentativas estão sendo feitas para aumentar a sua ligação cruzada. A hidrólise do silano em água diminui o desempenho de silano e, assim, limita o tempo de vida de regiões adesivas. Quando as moléculas pequenas de água penetram na interface adesiva, ligações físicas são destruídas e podem dar início a fendas. A fim de minimizar este efeito, antes da aplicação de silano, as superfícies cerâmicas são condicionadas com AFL que selectivamente remove a matriz vítrea. Consequentemente, com a rugosidade de superfície aumentada, a retenção micromecânica é facilitada para

procedimentos adesivos. No entanto, a toxicidade química elevada, a possibilidade de produzir sais de sílica-fluorídrica insolúveis podem interferir com a união da resina. Algumas cerâmicas com conteúdo cristalino elevado podem não sofrer condicionamento AFL, podendo ser considerado como uma das razões para a eliminação desta etapa (FABIANELLI et al., 2010).

O AFL a 10% é um material que apresenta uma composição extremamente cáustica (BRENTTEL et al., 2007) o que faz com que o seu uso na clínica odontológica deva ser realizado com muita cautela para não causar danos na cavidade bucal do paciente. Para se evitar o uso do condicionamento com AFL da restauração cerâmica, previamente à cimentação adesiva, sugere-se, atualmente, a realização do tratamento térmico do silano. Após a silanização da restauração protética, a mesma seria levada a um forno por 2 minutos a 100°C ou submetida ao ar quente por 1 minuto a 50° ± 5°C. Este tratamento possibilita a eliminação de água, álcool e outros bioprodutos da superfície cerâmica silanizada, além de ajudar a completar a reação de condensação entre a sílica e o silano, promovendo a formação de uma ligação covalente na interface cerâmica-silano, tornando-a, desse modo, mais efetiva e resistente (FOWLER et al., 1992; HOOSHMAND, VAN NOORT e KESHVAD, 2002; MOHARAMZADEH et al., 2008).

As condições de secagem do silano e procedimentos de tratamento térmico reduzem solventes e melhora a reação de união (HOOSHMAND, VAN NOORT e KESHVAD, 2002). A extensão da ligação cruzada é encontrada para aumentar, a partir das camadas exteriores do silano em direção à superfície cerâmica com o correspondente aumento da estabilidade mecânica e hidrotérmica. A espessura, orientação e ligação do silano às camadas são determinadas por um certo número de fatores, tais como condições de solução de deposição, pH, concentração do silano, natureza dos solventes, o tempo de hidrólise, a temperatura de secagem, e tempo entre a aplicação de silano e a cimentação (QUEIROZ et al., 2012a).

Três diferentes regiões estruturais são propostas na película depositada de silano: (a) uma região absorção física, (b) uma região absorvida quimicamente, e (c) uma região quimicamente reagida. A região mais externa, que é a maior parte do depositado do silano, consiste em fracas ligações siloxanas oligoméricos que hidrolisa de forma fácil e pode ser eliminada em temperatura ambiente a uma humidade relativa. A região

quimicamente absorvida consiste em ligações siloxanas oligoméricas mais fortes, oferecendo uma maior resistência à hidrólise e podendo ser eliminada a temperaturas elevadas em água. A região mais interior que está perto da superfície de cerâmica, é estável e resistente à remoção com água quente e pode ser considerada como a região quimicamente reagida da película de silano (FABIANELLI et al., 2010).

O tratamento térmico pode ser conseguido em um forno ou por aplicação de água quente. Do ponto de vista clínico, este procedimento pode ser mais difícil de conseguir em um consultório odontológico. Se o tratamento térmico em forno resulta em qualidade do silano, a sua aplicação seria mais conveniente em superfícies de cerâmica antes de procedimentos de cimentação adesiva (QUEIROZ et al., 2012a).

O estudo de Aida, Hayakawa e Mizukawa (1995) teve como objetivo avaliar a união da resina composta à cerâmica empregando diferentes tratamentos de superfície e três agentes de silanização. Os autores confeccionaram discos da cerâmica Laminabond Porcelain Masking® (10 x 2mm). As amostras foram embutidas em resina acrílica e a superfície da mesma foi polida com lixa de carbeto de silício de granulação 1000, sendo divididas em cinco grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície: a) G1 - controle, sem tratamento; b) G2 - ácido fosfórico por 60 segundos seguido de lavagem por 10 segundos; c) G3 - mesmo procedimento do G2, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos; d) G4 - AFL por 60 segundos e lavagem por 10 segundos; e) G5 - mesmo procedimento do G4, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos. Cada grupo foi dividido em três subgrupos para aplicação de um agente silano experimental e dois comerciais: Porcelain Liner M® e Tokuso Ceramic Primer®, os quais foram aplicados na superfície da cerâmica por 60 segundos e secos com jato de ar por 10 segundos. Um molde de silicona com 3,2 x 2mm foi posicionado sobre a superfície tratada e preenchida com resina composta Laminabond Composite Paste Universal®. As amostras foram armazenadas em água destilada à 37°C por 24 horas e submetidas ao teste de cisalhamento com velocidade de 2mm/min. Os resultados mostraram que não houve união quando aplicado o silano experimental sobre a superfície polida, sendo a resistência de união significativamente maior com o AFL (9,8 MPa) em relação ao ácido fosfórico (3,7 MPa). Quando empregado o silano Porcelain Liner M®, não houve diferença estatística na média de resistência de união entre o grupo polido (14,6 MPa) e o condicionado com AFL

e limpo em ultra-som (15,8 MPa), ocorrendo falhas coesivas na cerâmica. Para o silano Tokuso Ceramic Primer®, não houve diferença estatística entre os grupos, ocorrendo também falhas coesivas na cerâmica. O emprego do ultra-som para a limpeza das amostras não influenciou os valores de união. Com base nos resultados obtidos, os autores concluíram que o condicionamento ácido da cerâmica poderia ser eliminado, reduzindo o tempo clínico e eliminando os possíveis efeitos danosos do AFL na prática clínica.

Em 2002, Hooshmand, Van Noort e Keshvad testaram diferentes métodos para avaliar a união cerâmica-silano-resina em cerâmicas à base de sílica, observando se seria possível eliminar o processo de condicionamento com AFL e conseqüentemente seus riscos. Cilindros de Ni/Cr foram preparados com revestimentos cerâmicos e polidos até atingirem 1µm. Um agente de união silano foi aplicado à superfície cerâmica utilizando sete procedimentos diferentes. Os espécimes foram unidos a uma resina e a resistência de união foi mensurada em uma velocidade de 1mm/min. Um procedimento de união foi selecionado e utilizado para a comparação das quatro superfícies cerâmicas preparadas: 1µm polimento; glaseamento (50µm alumina); condicionamento com AFL 10%; e glaseamento com condicionamento AFL. A durabilidade da união foi avaliada por (1) armazenagem das amostras em água à 37°C por diferentes períodos de até 3 meses, (2) ciclos térmicos, e (3) armazenagem em água à 100°C por 24 horas. Os resultados mostraram que as superfícies cerâmicas polidas obtiveram os melhores resultados para a resistência de união resina-cerâmica e que esta não foi significativamente diferente da superfície tratada dos grupos com glaseamento, condicionamento ou glaseamento com condicionamento ($P>0,05$). Não houve deterioração da resistência de união para qualquer dos grupos após armazenamento em água por até 3 meses ou após ciclos térmicos ($P>0,05$). O silano também foi capaz de resistir aos ataques hidrolíticos em água fervente. Os resultados indicaram que uma união durável entre resina e cerâmica pode ser obtida pela aplicação adequada do silano sem a necessidade de condicionamento com AFL da superfície cerâmica.

Meyer Filho et al. (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência a tração entre uma resina composta e uma cerâmica termo-prensada. Foi testada a hipótese de que tanto a

silanização quanto o condicionamento com AFL produzem uma melhora da força de resistência. Foram produzidos quatro blocos cerâmicos que tiveram sua superfície polida com lixas d'água até granulação 600 e ainda jateada por óxido de alumina (50 μ m). Foram então divididas em quatro grupos sendo: G1- AFL 9,5% por 20 segundos e silano por 3 minutos; G2 – silano por 3 minutos; G3 – AFL por 20 segundos; G4 – nenhum tratamento. O adesivo Scotchbond® foi aplicado sobre a superfície e recoberto por resina composta. Os blocos foram então cortados (n=25) e os espécimes submetidos a microtração em uma máquina de ensaio universal. Todo o grupo G4 falhou ainda durante os cortes e foi eliminado. Os resultados demonstraram que os tratamentos de superfície aumentaram significativamente a resistência à tração, tendo G1 os maiores valores, seguido por G2 e em seguida G3. Os autores concluíram que os tratamentos de superfície são muito importantes para este tipo de adesão, e que o silano é o agente mais importante.

Em revisão de literatura, Matinlinna e Vallittu (2007) abordaram os aspectos químicos do protocolo de adesão aos substratos cerâmicos: 1) o conceito de condicionamento da superfície cerâmica pode estar diretamente relacionado com o aumento da energia de superfície; 2) para promover a adesão entre a cerâmica feldspática e um agente resinoso, tem sido sugerida a utilização do AFL. A reação com a superfície cerâmica provoca porosidades, assim como a formação de hexafluorsilicatos. Estes devem ser eliminados após o tempo do condicionamento; 3) o agente silano mais utilizado - metacryloxi-propyltrimetoxi-silane (MPS), pode ser visto como um material que aumenta a energia de superfície da cerâmica condicionada, permitindo que o agente resinoso possa penetrá-la. E ainda, o “molhamento” de toda a superfície cerâmica promovido pela silanização, permite a união química entre a parte inorgânica da cerâmica e parte orgânica do agente cimentante; 4) a contaminação da superfície cerâmica pode diminuir a resistência de união com o agente resinoso. Muitas vezes, a limpeza convencional com o jato ar-água não consegue restaurá-la. Os autores enfatizaram que: 1) as cerâmicas ácido-sensíveis devem ser condicionadas e silanizadas previamente à cimentação; 2) o agente silano quando utilizado sem condicionamento ácido prévio pode promover, inicialmente, elevada resistência de união. Entretanto, esta interface adesiva se deteriora com o tempo.

Em 2007, Brentel et al. avaliaram a durabilidade da resistência de união entre resina composta, cimento resinoso e uma cerâmica feldspática submetida a diferentes métodos de condicionamento de superfície. Foram fabricados 32 blocos (6,4 x 6,4 x 4,8mm) usando uma cerâmica feldspática (Vita VM7). Estes foram limpos com água por 5 minutos em ultrason e aleatoriamente divididos em quatro grupos, de acordo com o tipo de agente condicionante e método de silanização: G1 - condicionado com AFL 10% por 1 minuto + silanização; G2 - condicionado com AFL 10% por 1 minuto; G3 - condicionado com FFA 1,23% (APF) por 5 minutos + silanização; G4- condicionado com FFA 1,23% (APF) por 5 minutos. Depois de condicionados, os blocos foram posicionados nos seus moldes de silicone e o cimento resinoso (Panavia F) foi aplicado sobre as superfícies tratadas. Os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) durante 24 horas. Posteriormente, os blocos foram seccionados nos eixos x e y com uma área de aproximadamente 0,6mm². Os fragmentos de cada bloco foram divididos aleatoriamente em duas condições de armazenamento: Seco, com ensaios mecânicos imediatos; Termociclagem (12000 vezes) + armazenamento em água por 150 dias, originando oito grupos experimentais. O ensaio de microtração foi realizado em máquina de ensaio universal (velocidade: 1mm/min) e os tipos de falhas foram observados. Os dados obtidos (MPa) foram analisados pelo ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Constatou-se significativa influência do uso de silano ($P < 0,0001$), condições de armazenamento ($P = 0,0013$) e tratamento de superfície ($P = 0,0014$). O maior resultado de resistência de união foi alcançado na condição seca e quando as superfícies cerâmicas foram condicionadas com AFL e silanizadas ($17,4 \pm 5,8$ e $17,4 \pm 4,8$ MPa, respectivamente). A silanização, após o condicionamento com AFL e FFA, aumentou dramaticamente os resultados ($14,5 \pm 4,2$ - $17,4 \pm 4,8$ MPa) em comparação com grupos não silanizados ($2,6 \pm 0,8$ - $8,9 \pm 3,1$ MPa), onde a falha na interface cimento-cerâmica foi exclusivamente adesiva. A termociclagem e armazenagem em água não diminuíram os resultados dos grupos silanizados.

Em 2008, Moharamzadeh et al. compararam a resistência de união entre superfícies cerâmicas, reforçada com leucita, lisas e rugosas e um cimento resinoso por um método otimizado de tratamento com silano. Discos cerâmicos foram preparados com 4 diferentes tratamentos de superfície (n = 20) que consiste de (1) polimento 1 μ m, (2) jateamento com Al₂O₃ 50 μ m, (3) condicionamento com AFL 10% por 2 minutos e (4)

jateamento com Al_2O_3 $50\mu\text{m}$ e condicionamento com AFL 10% por 2 minutos. Os discos de cerâmica foram cobertos por uma fita PTFE com uma bifurcação em forma circular. As superfícies expostas foram condicionadas por um tratamento otimizado do silano seguido por um cimento resinoso. Os espécimes foram armazenados em água destilada à 37°C por (A) 24 horas e (B) 30 dias. A tenacidade interfacial da fratura foi medida, o modo de falha e as fraturas de superfícies também foram examinadas em um microscópio óptico e um microscópio eletrônico de varredura. O teste ANOVA mostrou que não houve diferença estatisticamente significativa na tenacidade interfacial da fratura média para os grupos A1-A4 ($P>0,05$). No entanto, a média de tenacidade interfacial da fratura do grupo B1 foi significativamente diferente dos grupos B2, B3 e B4 ($P<0,05$). Amostras independentes do Teste T mostraram resultados com significativo aumento do valor médio GIC para grupos B2 e B3 após 30 dias de armazenamento em água ($P<0,05$). Os modos de falha foram predominantemente interfaciais ou coesivos dentro da resina. Concluiu-se que as retenções micromecânicas por glaseamento das superfícies cerâmicas poderiam ser suficientes, sem necessidade de condicionamento com AFL na cerâmica quando um processo de aplicação adequado de silano é utilizado.

Em 2010, Fabianelli et al., avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência à microtração entre uma cerâmica reforçada com leucita e uma resina composta. Foram confeccionados blocos ($n=24$) de cerâmica reforçada com leucita usando a técnica de prensagem à quente. Os blocos foram divididos em 4 grupos, que receberam os seguintes tratamentos superficiais: G1: AFL a 9,5% por 1 minuto + silano; G2: silano sozinho; G3: AFL 9,5% por 1 minuto + silano, em seguida, seco com ar quente (100°C por 1 minuto); G4: silano sozinho em seguida, seco com ar quente (100°C por 1 minuto). O cimento resinoso foi aplicado, seguido pela resina composta. Depois de preparados, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. Os modos de falha foram classificados por microscópio óptico e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados foram analisados usando o teste Kruskal-Wallis seguido pelo teste de Dunn. Os grupos, submetidos ao ar quente (G3 e G4) obtiveram uma adesão significativamente mais forte do que G1 e G2. O pré-tratamento da superfície com AFL em G1 resultou na resistência de união significativamente maior que G2. As falhas foram na maior parte coesiva na resina para G1, G3 e G4 e principalmente adesiva na interface resina cerâmica em G2. Concluíram que o método de aplicação de silano na superfície cerâmica

pode ter uma influência significativa sobre a adesão entre a restauração de cerâmica e o cimento resinoso. Reforçar a reação de condensação do silano por secagem com corrente de ar quente (100°C por 1 minuto) melhorou significativamente a resistência à microtração, possivelmente eliminando a necessidade de o AFL.

Pereira, Bueno e Mota (2010) avaliaram a influência dos processos de evaporação do silano na resistência de união entre uma cerâmica odontológica e um cimento resinoso quimicamente ativado. Foram confeccionados 18 blocos cerâmicos Empress II de dimensões 6 x 14 x 14mm e duplicados em blocos de resina composta, em seguida, uma superfície de cada espécime foi submetido à abrasão e limpo em ultra-som, sendo armazenados em recipientes de plástico seco. Os blocos foram divididos em 6 grupos (n=3) de acordo com o condicionamento de superfície: G1(grupo controle): sem tratamento; G2(grupo controle): condicionamento com AFL 10% + silano (seco à temperatura ambiente) + sistema adesivo; G3: silano (lavado e seco à temperatura ambiente) + sistema adesivo; G4: silano (lavado em água fervente e seco à temperatura ambiente) + sistema adesivo; G5: silano (lavado com água fervente e seco em calor a 50°C) + sistema adesivo e G6: silano (secos a $50 \pm 5^\circ\text{C}$, lavados em água fervente e secos em temperatura ambiente) + sistema adesivo. Após 7 dias os blocos cimentados foram seccionados para obtenção dos corpos de prova e armazenados em água por 30 dias antes do teste de microtração. Os padrões de fratura foram analisados por microscopia óptica e MEV. Os resultados encontrados mostraram que todos os blocos de G1 soltaram durante o corte. A maior força de adesão encontrada foi para o grupo G2 do que para outros grupos. G4 e G5 foram estatisticamente semelhantes, com maior força de adesão do que G3 e G6. As falhas foram 100% adesivas em G3 e G6. Falhas coesivas dentro da "zona adesiva" foram detectadas em G2 (30%), G4 (24%) e G5 (40%). Com base nos resultados obtidos os autores concluíram que o padrão de evaporação do silano influenciou positivamente na resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso. Que as formas de tratamento do silano avaliadas geraram valores de resistência de união estatisticamente diferentes, com valores menores para os grupos sem tratamento térmico ou com o aquecimento prévio ao enxágüe (G3 e G6) e mais elevados para os grupos onde apenas a secagem inicial do silano à temperatura ambiente precedeu o enxágüe com água em ebulição (G4 e G5). Além disso, os valores de resistência de união do grupo

que recebeu o AFL associado ao silano (G2) foram estatisticamente superiores a todos os outros resultados observados no presente estudo.

Carvalho et al. (2011) realizaram um estudo com o objetivo de testar a hipótese de que o tratamento térmico do silano melhoraria da resistência de união entre uma resina composta e uma cerâmica vítrea. Foram confeccionados vinte e quatro blocos da cerâmica Vita VM7® - VITA, que tiveram cada um, sua superfície de cimentação duplicada em resina composta (W3D Master, Wilcos). Os blocos foram então, divididos em três grupos (n=6) de acordo com o tipo de tratamento de superfície recebido, sendo: G1 – AFL a 10% por 20 segundos + lavagem com água por 60 segundos + secagem (controle); G2 – AFL 10 % por 20 segundos + lavagem com água por 60 segundos + silano seco em forno (F-1800-EDG, São Paulo, Brazil) a 100°C por 2 minutos; G3 – Silano seco em forno (F-1800-EDG, São Paulo, Brazil) a 100°C por 2 minutos. Os blocos cerâmicos foram cimentados aos blocos de resina composta usando o cimento resinoso (Panavia F®, Kuraray). Os blocos cimentados foram seccionados por um disco de diamante sob abundante irrigação para a obtenção de palitos com 0,8mm² de área adesiva. Cada palito foi preso a um dispositivo e submetido ao ensaio de microtração. Os resultados demonstraram que o tratamento térmico do silano diminui a resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso quando o condicionamento ácido não foi realizado, negando assim a hipótese sugerida.

Queiroz et al. (2012a) Caracterizou a superfície de uma cerâmica feldspática após diferentes protocolos de silanização. Barras de cerâmica feldspática (2 mm x 4 mm x 10 mm) (N = 18) (Cerâmica VM7 VITA Zahnfabrik) foram fabricados. Antes da aplicação de silano, os espécimes foram limpos por ultra-som em água destilada durante 10 min. Os espécimes de cerâmica foram divididos aleatoriamente em grupos de nove (N = 2 por grupo) e foram tratados com diferentes protocolos de silano. MPS silano (ESPE-Sil, 3M ESPE) foi aplicado a todas as amostras e deixou-se reagir a 20 °C durante 2 min (G20). Após secagem, as amostras foram submetidas a tratamento térmico num forno a 38 °C (G38), 79 °C (G79) ou 100 °C (G100) durante 1 min. Metade dos espécimes de cada grupo foram lavados com água a 80 °C durante 15 segundos (G20B, G38B, G79B, G100B). O grupo de controle (GC) não recebeu nenhum silano. Espessura da camada de silano foi medida utilizando um elipsometria espectroscópica de trabalho $\lambda = 632,8$ nm

(laser He-Ne) com ângulo de incidência 70°. A rugosidade superficial foi avaliada utilizando um perfilômetro óptico. As amostras foram analisadas sob microscopia eletrônica de varredura (MEV) para observar os padrões topográficos. Medições de elipsometria mostraram que todas as ações de pós-tratamento de calor reduziu a espessura da película de silano (30.8-33.5 nm) em comparação com G20 (40 nm). Os grupos submetidos à lavagem em água quente (grupos B) mostrou camadas finas de silano (9,8-14,4 nm) do que nos seus grupos correspondentes (sem lavar) (30,8-40 nm). A análise por perfilometria mostrou que os tratamentos de calor proporcionaram uma superfície mais lisa do que o grupo controle. Padrões similares também foram observados no MEV. O tratamento térmico após a aplicação MPS silano melhorou a camada de rede do silano. A lavagem com água quente eliminou as regiões ultraperiféricas que não reagiram, permitindo espessuras mais fina de silano.

2.4 CIMENTOS RESINOSOS

As próteses livres de metal confeccionadas de cerâmica feldspática, como onlays, inlays, facetas laminadas e cobertura de coroas, ganharam popularidade porque a sua estética é melhor do que as restaurações metalocerâmicas (SHIU et al., 2007).

No entanto, essas restaurações são frágeis, e na maioria das situações precisam ser unidas a uma estrutura dentária por meio de um cimento resinoso. O desempenho clínico de próteses a base de cerâmicas feldspáticas dependem substancialmente das propriedades adesivas do cimento resinoso que é usado na cimentação (AKYIL et al 2011).

O sucesso da união do conjunto cerâmica – cimento – estrutura dentária depende das propriedades adesivas do cimento resinoso e do condicionamento da superfície cerâmica (NAGAYASSU et al., 2006). Deste modo, a rugosidade superficial da cerâmica

por abrasão de ar ou condicionamento ácido, tem sido recomendada a fim de melhorar a resistência de união entre uma cerâmica e um dente (DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000; ÖZCAN e VALLITTU, 2003).

Todos estes procedimentos melhoraram a resistência de união, modificando a textura da superfície cerâmica e aumentando a retenção mecânica. Os agentes de união silano são frequentemente utilizados com adesivos dentários para adquirir uma união química eficaz devido à sua propriedade bifuncional (NAGAYASSU et al., 2006).

Akyil et al. (2011) avaliou a resistência à microtração entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática após o tratamento da superfície com (a) AFL, (b) abrasão a ar, (c) irradiação a laser Er: YAG, (d) irradiação a laser Nd: YAG, e (e) AFL após uma abrasão a ar ou irradiação com laser. Quarenta blocos de cerâmica feldspática (Ceramco™) foram preparados e divididos em oito grupos (n = 5) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento; condicionamento com AFL a 9,5%; abrasão com ar de 50 µm de Al₂O₃; irradiação com laser Er:YAG; irradiação com laser Nd: YAG; abrasão a ar + condicionamento AFL; Er: irradiação com laser YAG + condicionamento AFL, e irradiação com laser Nd: YAG + AFL. Após o tratamento de superfície, um agente de união silano e o cimento resinoso (Panavia F™) foram aplicados a cada bloco. Depois de conservar por 24 horas a 37⁰C e tratamento com termociclagem entre 5⁰C e 55⁰C (1000 ciclos), a resistência à microtração de cada espécime foi medido. A maior resistência de união foi obtida a partir AFL. O condicionamento com ácido após cada irradiação com laser aumentou significativamente a resistência de união (p <0,05). No entanto, o condicionamento com AFL após abrasão a ar diminuiu a resistência de união quando comparado com abrasão a ar sozinho. O condicionamento ácido é o método de tratamento mais eficaz de superfície para uma cerâmica feldspática. No entanto, a irradiação do laser, quer com o Er: YAG ou Nd: YAG não é um método adequado para melhorar a resistência de união para o Panavia F. A aplicação do laser deve ser combinada com condicionamento ácido.

Hooshmand et al. (2012) avaliou o efeito do condicionamento com AFL e do tratamento do silano sobre a resistência à fratura interfacial de um cimento resinoso auto-adesivo e dois convencionais à base de resina unidos a uma cerâmica de disilicato de lítio. Discos cerâmicos foram preparados com dois diferentes condicionamentos de

superfície que consistem em jateamento com óxido de alumínio, e jateamento associando a condicionamento com AFL (9%, 1 minuto). As superfícies cerâmicas foram submetidas ao tratamento com silano (Mono Bond S, Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein) utilizando o método otimizado de tratamento com silano: aplicação durante 60 s, após secagem com ar quente a 50 ± 5 ° C durante 15 s, seguido de lavagem com água quente por 15 s, e secagem com ar quente novamente durante 30 s. Cada grupo de tratamento de superfície foi dividido em três subgrupos ($n = 12$) através de três agentes de cimentação resinosos: (1) Variolink II (Ivoclar-Vivadent), (2) Multilink Sprint (Ivoclar-Vivadent), e (3) Panavia F2 (Kuraray). As amostras foram mantidas em água destilada a 37 °C durante 24 horas e, em seguida, submetidas a termociclagem, 3000 ciclos em banhos de água entre 5 e 55 °C (tempo de imersão 20 s; tempo de transferência 20 s). As amostras foram então testadas utilizando uma máquina de ensaio universal (Zwick 100/Roell, Alemanha) com uma força de carga aplicada por meio de um instrumento, $9,5 \pm 0,2$ milímetros a partir de interface de união. A velocidade utilizada foi de 1 mm / min. A tenacidade à fratura interfacial foi medida de modo que as falhas também foram examinadas. Os dados foram analisados utilizando a análise de variância, seguida pelo teste de t-análise. Não houve diferença estatisticamente significativa nos valores médios de tenacidade à fratura entre o jateamento com óxido de alumínio e jateamento associado a condicionamento com AFL para o cimento resinoso Variolink II ($P > 0,05$). Para as superfícies jateadas, nenhuma diferença significativa nos valores médios de tenacidade de fratura entre Panavia F2 e Variolink II foi observada ($P > 0,05$). Para as superfícies jateadas e condicionadas com ácido, revelou-se uma tenacidade à fratura significativamente maior para Panavia F2 do que os outros cimentos ($P < 0,05$). A resistência à fratura interfacial para o sistema de cerâmica de dissilicato de lítio foi afetada pelo tratamento de superfície e do tipo de cimento resinoso. Cimentos resinosos dual demonstrou uma eficácia de união melhor em comparação com o cimento resinoso auto-adesivo. As superfícies cerâmicas devem ser jateadas e condicionadas com ácido para obter a melhor união com Panavia F2 e cimentos Multilink Sprint, enquanto que para o Variolink II só jateamento é necessário. A melhor união é obtida com Panavia F2.

2.5 ENSAIOS MECÂNICOS

A metodologia aplicada para avaliar a união entre diferentes substratos é um dos aspectos básicos de garantir a validade da pesquisa. Vários fatores influenciam a resistência de união, como o procedimento de corte dos espécimes, a heterogeneidade estrutural do substrato, propriedades do material, o sistema adesivo utilizado, e as variações entre os operadores (ABREU et al., 2011).

Muitos estudos têm indicado que uma vantagem da microtração na resistência de união (μ TBS) é que ele permite a utilização de inúmeros espécimes de estrutura pequena, facilitando a real avaliação da adesão entre diferentes substratos. Além disso, permite a avaliação de áreas pequenas (cerca de 1 mm^2) da superfície adesiva. Há um número de defeitos internos em uma zona adesiva normal ou imperfeições superficiais que poderiam mascarar os valores reais de resistência de união (ABREU et al., 2011).

A forma das amostras em palitos tem sido utilizados para teste de resistência adesiva em diversos estudos, em que os autores verificaram a versatilidade, fiabilidade e eficácia desta forma, em relação às formas haltere ou de ampulheta. Corte dos espécimes em forma de ampulheta ou halteres pode promover tensões nestas áreas (ABREU et al., 2011).

Fowler et al., (1992) propuseram-se a testar três variáveis envolvidas em testes de adesão: a) o tipo de teste: tensão ou tração; b) o desenho do dispositivo usado para fazer o teste; c) o tipo de substrato usado: dente bovino ou humano. Os autores ponderaram que por falta de testes padronizados na literatura ficaria difícil avaliar os resultados de testes adesivos. Foram usados três diferentes dispositivos para testes mecânicos, dois para testes de tração e um para teste de cisalhamento. Foram usados incisivos centrais superiores bovinos e molares humanos. Os autores usaram três sistemas adesivos: Scotchbond 2, Keta-fil e Vitrebond. Concluíram que o desenho dos dispositivos usados para os testes influíram nos resultados obtidos. A análise dos resultados não mostrou diferenças significativas entre os testes de tração e cisalhamento.

No entanto, o teste de cisalhamento produziu mais falhas adesivas, sendo então considerado pelos autores como o ensaio mecânico mais indicado para estudar adesão.

Sano et al. (1994) investigaram a relação entre a área de superfície de união e a resistência adesiva à tração (dentina/resina composta). Para tanto foram utilizados 20 terceiros molares humanos extraídos cujo esmalte da superfície oclusal foi removido, expondo uma superfície plana de dentina posteriormente recoberta com resina composta ou com cimento de ionômero de vidro, reconstruindo-se a porção coronária dos dentes que foi removida. Os dentes foram divididos em três grupos, dependendo do material empregado para realizar a reconstrução: Clearfil Liner Bond 2, Scotbond Multi-Purpose e Vitremer. Após 24 horas, cada dente reconstruído recebeu vários cortes longitudinais com espessuras variáveis de 0,5 a 3,0mm. Cada fatia assim obtida foi desgastada na zona adesiva para obtenção de um corpo-de-prova em forma de ampulheta, sendo a porção mais estreita coincidente com a área adesiva. As amostras finais tinham secção transversal da interface retangular com dimensões entre 0,5 x 0,5mm ($\pm 0,25\text{mm}^2$) e 4 x 3mm ($\pm 12\text{mm}^2$), obtidas com paquímetro digital. As amostras eram fixadas com cianoacrilato a um dispositivo de ensaio, considerando que a zona adesiva permaneceria livre para execução do ensaio. Os resultados mostraram uma relação inversa entre a área de colagem e a resistência adesiva, associando altas resistências em áreas menores. A maior parte das amostras com áreas menores que $2,31\text{mm}^2$ mostraram, sob MEV, rompimento adesivo. Segundo os autores, esses fenômenos poderiam ser justificados pela maior quantidade de defeitos e maiores tensões em áreas maiores, gerando valores menores de resistência. Diante dos resultados, os autores sugeriram o emprego de amostras com áreas adesivas entre $1,6\text{mm}^2$ e $1,8\text{mm}^2$, pois induziam falhas adesivas na união e geravam mínima variabilidade dos valores de resistência. Os autores nomearam o método empregado para realizar este teste de “microtração” e, afirmaram que, além de permitir a mensuração da resistência de união elevada sem fratura coesiva da dentina, o mesmo possibilitou a realização de mensurações múltiplas em um único dente.

Questionando a validade dos testes de resistência adesiva que empregam uma força de cisalhamento, Della-Bona e Van Noort (1995), realizaram um trabalho para testar a hipótese de que esse teste é impróprio e inadequado para testar a adesão *in vitro* da resina composta a materiais cerâmicos, visto que, o local de fratura normalmente

encontrado, ocorre na base da cerâmica dos espécimes e não na área da interface adesiva. Para tanto, os autores conduziram o experimento em duas etapas: a) avaliar a resistência ao cisalhamento e a distribuição das forças pela análise do elemento finito; b) para avaliar a resistência à tração como forma alternativa mais favorável. Para a avaliação do efeito do cisalhamento foram empregadas três configurações de espécimes diferentes, todas elas, porém, com interfaces adesivas iguais: a) G1: base cilíndrica de cerâmica medindo 10mm de diâmetro por 3mm de altura, onde foi aderida uma sobre base de resina composta de 3mm de diâmetro por 4mm de altura; b) G2: base de resina com sobrebase de cerâmica; c) G3: cilindro único de resina. Para o teste de tração, foram confeccionadas quarenta hastes cilíndricas cerâmicas em um dispositivo metálico próprio, adaptável a um mecanismo de encaixes de peças que permitiam a realização do teste na máquina de ensaios. Os espécimes foram divididos em dois grupos, sendo que em um deles, a superfície exposta da cerâmica foi tratada com AFL 9,6% durante dois minutos e no outro AFL 4% durante 35 segundos, com flúor, seguindo-se a aplicação de um silano, uma fina camada de adesivo, e em seguida uma camada de resina composta, unindo duas hastes. Assim, para cada grupo, foram confeccionados dez corpos-de-prova. Com relação à resistência ao cisalhamento, o valor encontrado para G1 foi significativamente menor (10,37 MPa) do que os de G2 (18,02 MPa) e G3 (21,82 MPa). Destacou-se, porém, que em G2 80% das falhas foram coesivas na base da resina e em G3, todas as fraturas foram coesivas na base. Com relação ao teste de resistência à tração, não houve diferença em realizar o tratamento cerâmico com AFL 9,6% ou com o AFL 4% com flúor (13,46 e 13,43 MPa, respectivamente) e todos os corpos-de-prova fraturaram na área da interface adesiva. Pela análise do elemento finito, verificou-se que o padrão de distribuição dos estresses nos espécimes submetidos à força de cisalhamento é altamente não uniforme, fora da área adesiva. Como conclusão os autores relataram que o teste de resistência à tração é mais apropriado para avaliar a capacidade de união das resinas às cerâmicas.

O ensaio de microtração foi revisado na literatura por Pashley et al. (1999). Consideraram que os testes convencionais de tração e compressão limitavam a localização da área adesiva estudada ao centro da face oclusal ou ao centro da face vestibular dos dentes estudados (áreas de 3 a 4mm de diâmetro). Afirmaram que esse tipo de ensaio é conveniente quando a força adesiva entre resina e dentina é

relativamente baixa (em torno de 10MPa), porém, quando essa força alcança 25 MPa ou valores mais altos, a frequência de fraturas coesivas em dentina podia ser muito alta, alcançando valores de até 80%. Então, os autores consideram que nessas condições não se estaria estudando a interface adesiva e sim a resistência da dentina à aplicação de forças. Os autores citaram nesse estudo o ensaio de microtração como sendo uma metodologia que induziria menor quantidade de estresse durante os testes, evitando assim as fraturas coesivas, além de ser um ensaio que apresentaria níveis de variância menores (10% a 25%) do que os comumente encontrados em ensaios convencionais de resistência adesiva (30% a 50%). Nesse trabalho os autores descreveram todas as modificações que o ensaio de microtração tinha sofrido com o passar dos anos e discutiram as vantagens e desvantagens dessas modificações. Importante citar que nessa revisão, os autores mostraram o corte dos corpos-de-prova em fatias que depois eram rotacionadas em 90° e cortados em palitos. Eles observaram que o uso de palitos para os ensaios de microtração era muito adequado, uma vez que a indução de estresse na interface adesiva durante a preparação dos corpos-de-prova nesse formato era muito reduzida. Desta forma, o ensaio de microtração tornou-se capaz de medir forças adesivas de materiais que possuíam capacidade adesiva relativamente baixa. Os autores comentaram que foi possível se medir por essa técnica forças adesivas menores que 5 MPa. Concluíram que o ensaio de microtração oferecia uma versatilidade que não podia ser alcançada em ensaios convencionais de resistência adesiva, que essa metodologia foi mais trabalhosa do que a dos testes convencionais, mas de grande potencial em prover discernimento sobre a força adesiva real de materiais restauradores.

A resistência de união à tração entre resina composta e duas cerâmicas termoinjetadas poderia ser controlada pela microestrutura da cerâmica e pelo condicionamento de superfície empregando o ensaio de microtração. Esta hipótese foi testada por Della Bona, Anusavice e Shen (2000) por meio de blocos de cerâmica IPS Empress® (E1) e IPS Empress 2® (E2), polidos e limpos em ultra-som por 10 minutos. Três blocos de cada cerâmica foram usados para estudar a microestrutura e a alteração superficial após condicionamento ácido (AFL 9,6% e FFA 4%). Os blocos da cerâmica E1 foram repartidos em cinco grupos de três blocos, conforme o modo de tratamento superficial: a) G1 - AFL 9,6% por dois minutos; b) G2 - FFA a 4% por dois minutos; c) G3 - silano por cinco minutos; d) G4 - AFL + silano; e) G5 - FFA + silano. Os blocos de

cerâmica E2 foram divididos da mesma forma: a) G6 - igual a G1; b) G7 - igual a G2; c) G8 - igual a G3; d) G9 - igual a G4; e) G10 - igual a G5. Uma matriz de silicone foi usada para estabilizar cada bloco de cerâmica durante a aplicação do adesivo e da resina composta. O conjunto cerâmica/resina composta foi seccionado obtendo-se fatias de 0,85mm. Cada fatia foi rotacionada em 90° e uma segunda secção foi executada, produzindo amostras com espessura de um milímetro (área de $0,85 \pm 0,02\text{mm}^2$). Vinte amostras foram escolhidas aleatoriamente em cada grupo e após terem sido armazenadas em água destilada (37°C) por 30 dias, as suas extremidades foram fixadas no dispositivo por meio de adesivo cianoacrilato e sujeitas ao ensaio de microtração à velocidade de 0,5mm/minuto. As áreas de todas as amostras foram medidas imediatamente depois de ensaiadas e o modo de falha analisado. Sob análise em MEV e mapeamento por raios-X, foi revelado que todas as amostras falharam adesivamente. Os autores descreveram as seguintes ponderações: a) o teste de microtração foi considerado um indicador confiável da qualidade adesiva entre cerâmica e resina composta, visto que todas as falhas ocorreram na zona adesiva; b) que os estudos de avaliação de resistência adesiva fossem acompanhados de interpretação cuidadosa do modo de falha a fim de evitar conclusões inapropriadas e inconsistentes.

Abreu et al. (2011) avaliou o efeito do local de iniciação de corte e velocidade na resistência de união entre cimento resinoso e cerâmica feldspática. Trinta e seis blocos (6,4 x 6,4 x 4,8 mm) de cerâmica (Vita VM7) foram produzidos. As superfícies de cerâmica foram condicionados com gel de AFL a 10% por 60 segundos e silanizadas. Cada bloco cerâmico foi colocada num molde de silicone com a superfície tratada exposta. Um cimento resinoso (Variolink II) foi injectado no molde sobre a superfície tratada e polimerizada. Os blocos cimento resinoso/cerâmica foram divididos em dois grupos de acordo com as condições experimentais: a) local de iniciação de corte - cimento resinoso, cerâmica e interface; e b) a velocidade de corte - 10.000, 15.000 e 20.000 rpm. Os blocos foram seccionados para atingir espécimes de barras. O teste de microtração foi realizado uma máquina de ensaio universal (1 mm / min). Os modos de falha foram examinadas utilizando um microscópio de luz óptico e microscopia eletrônica de varredura. Resultados de resistência de união foram analisados usando-se ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Influências significativas em relação à velocidade e local de iniciação do corte na resistência de união foram observadas ($p < 0,05$). A maior média foi

atingida para os espécimes cortados a 15.000 rpm, na interface ($15,12 \pm 5,36$ MPa). As médias mais baixas foram obtidas para amostras cortadas com a maior velocidade de corte no cimento resinoso ($8,50 \pm 3,27$ MPa), e cortado com a menor velocidade em cerâmica ($8,60 \pm 2,65$ MPa). Todos os grupos mostraram falha principalmente mista (75% a 100%). A velocidade de corte e local de iniciação são fatores importantes que devem ser consideradas durante a preparação de amostras para o teste de microtração, pois ambos podem influenciar os resultados de resistência de união.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar as hipóteses:

H0: O tratamento térmico do silano e o tipo de cimento resinoso não influenciam na resistência de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática.

H1: O tratamento térmico do silano influencia na resistência de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática.

H2: O cimento resinoso influencia na resistência de união de uma cerâmica feldspática.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Os materiais utilizados no estudo estão descritos na tabela abaixo (Tabela 1):

Tabela 1 – Tabela demonstrativa do nome comercial, fabricante, composição química e número do lote dos materiais utilizados no estudo.

Nome comercial	Fabricante	Composição química	Número do Lote
Vita Mark II (Bloco cerâmica feldspática)	Vita Zahnfabrik; Bad Sackingen, Germany	SiO ₂ : 56-64%; Al ₂ O ₃ : 20-23%; Na ₂ O: 6-9%; K ₂ O: 6-8%; CaO: 0.3-0.6%; TiO ₂ : 0.0-0.1%; óxidos	26860
W3D MASTER	Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil	Monômeros a base de metacrilato 23,7%, sílica, vidro de silicato e flúor contendo cargas 75,6%, catalizadores de polimerização 0,6%, pigmentos inorgânicos 0,1%.	1101026
Condicionador de Porcelanas	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	AFL a 10%	617048E
Rely-x Ceramic Primer	3M ESPE, Seefeld, Alemanha	Monômero silano, etanol (70-80), água (20-30)	322780
Panavia F	Kuraray Medical Inc, Kurashiki, Okayama, Japan	Pasta A: MDP, dimetacrilatos aromáticos hidrofóbicos, dimetacrilatos alifáticos hidrofóbicos, dimetacrilatos alifáticos hidrofílicos, partículas de sílica silanizada, sílica coloidal silanizada, dl-canforoquinona, iniciadores. Pasta B: Dimetacrilatos aromáticos hidrofóbicos, dimetacrilatos alifáticos	051219

		hidrofóbicos, dimetacrilatos alifáticos hidrofílicos, partículas de carga de vidro de bário silanizados, iniciadores, aceleradores, pigmentos.	
RelyX ARC	3M ESPE, Chicago, USA	Pasta A: Cerâmica TEGDMA tratada com silano, Silano BADGE; tratamento de silício funcionalizados; Polímeros de dimetacrilato. Pasta B: Cerâmica TEGDMA tratada com silano, Silano BISGMA, sílica tratada com polímero funcionalizado Dimetacrilato	N299810

4.2 OBTENÇÃO DOS BLOCOS EM CERÂMICA

Trinta blocos de cerâmica feldspática com dimensões de 12 x 7 x 5,5 mm, foram obtidos a partir do corte de blocos Vita Mark II (VITA Mark II; 2L1.5; Vita Zahnfabrik; Säckingen; Alemanha). Os blocos foram adaptados em um dispositivo de corte da Isomet® 1000 (Buehler, Illinois, USA). Os cortes foram realizados com disco diamantado 12,7mm x 0,3mm (Diamond Wafering Blade, Buehler, Illinois, EUA) em baixa rotação (250 rpm) sob irrigação abundante e carga de 250 kgf (SOUZA et al., 2011) (Figura 1).



Figura 1: Bloco de cerâmica posicionado na máquina de corte.

A superfície de cimentação de cada bloco cerâmico foi regularizada e polida em uma máquina de polimento Politriz (lixadeira metalográfica PL02ET, Precision, Brasil) usando lixas d'água na sequência (600, 800 e 1200 grão; 3M; St Paul, MN, EUA), sob refrigeração constante (AYAD, FAHMY e ROSENSTIEL, 2008). A superfície oposta à de colagem de cada bloco cerâmico foi identificada com uma marcação, utilizando caneta marcador de ponta média (Pilot, Connecticut, EUA). Todos os blocos foram limpos por ultrassom (Cuba de Ultrassom, Cristófoli, Campo Mourão, Brasil) com água destilada durante 5 minutos e foram então secos com jato de ar (CARVALHO et al., 2011).

4.3 CONFECÇÃO DOS BLOCOS EM RESINA

Cada bloco cerâmico foi moldado com silicona de adição (consistência de massa) (Elite H-D – Zhermack, Rovigo, Itália), dentro de um recipiente plástico com a superfície

de colagem voltada para baixo, de modo que a mesma fique impressa na massa de moldagem, assim como todo o bloco cerâmico. Após a polimerização do material de moldagem, cada bloco cerâmico foi removido do interior do molde e dentro do mesmo foi inserida a resina composta microhíbrida (W3D MASTER – Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil) em incrementos de 2 mm. Cada incremento foi fotopolimerizado por 40 segundos (UltraLED-Ultradent[®] – South Jordan, Utah, EUA) até preenchimento do molde, obtendo-se um bloco de resina composta microhíbrida (12 mm X 7 mm X 5,5 mm) para cada bloco cerâmico (CARVALHO et al., 2011). A superfície de colagem da resina composta apresentou então, o mesmo desenho da superfície de colagem do bloco cerâmico.

4.4 DELIMITAÇÃO DOS GRUPOS DO ESTUDO

Em seguida, os blocos foram divididos em 6 grupos (n=5) de forma aleatória e submetidos às seguintes sequências de tratamentos de superfície (Tabela 2):

Tabela 2: Divisão dos grupos do estudo.

Grupos	Especificação
ASCp	Condicionamento AFL a 10% + Silano + Panavia F
ASTCp	Condicionamento AFL a 10% + Silano + Tratamento Térmico (Forno) + Panavia F
STCp	Silano + Tratamento Térmico (Forno) + Panavia F
ASCr	Condicionamento AFL a 10% + Silano + Rely X ARC
ASTCr	Condicionamento AFL a 10% + Silano + Tratamento Térmico (Forno) + Rely X ARC
STCr	Silano + Tratamento Térmico (Forno) + Rely X ARC

Os blocos cerâmicos dos grupos ASCp, ASTCp, ASCr e ASTCr foram condicionados com AFL a 10% (Condicionador de Porcelanas - Dentsply-Brasil) por 20 segundos, em seguida, lavados com jatos de água por 60 segundos, limpos em ultra-som com água destilada por 4 minutos e posteriormente, secos com jatos de ar por 30 segundos (CARVALHO et al., 2011).

Os blocos cerâmicos dos grupos ASTCp, ASTCr, STCp e STCr foram inseridos em um forno para anel F-1800 (EDG, SP, Brasil) sob a temperatura de 100°C durante 2 minutos para que o tratamento térmico fosse realizado (CARVALHO et al., 2011).

A superfície de colagem de cada bloco cerâmico recebeu aplicação do agente de união silano convencional (Rely X Ceramic Primer – 3M ESPE, Seefeld, Alemanha), que foi aplicado em camada e friccionado durante 30 segundos. Em seguida, a superfície cerâmica foi completamente seca com jato de ar por 30 segundos para que se prosseguisse com a cimentação, como preconizado pelo fabricante.

4.5 CIMENTAÇÃO DA CERÂMICA À RESINA COMPOSTA

Depois de concluídos os tratamentos na superfície da cerâmica, os blocos cerâmicos dos grupos **ASCp**, **ASTCp** e **STCp** foram unidos aos de resina composta com cimento resinoso Panavia F (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan) e os segmentos cerâmicos dos grupos **ASCr**, **ASTCr** e **STCr** foram unidos aos de resina composta com cimento resinoso convencional RelyX ARC (3M ESPE, Chicago, EUA), manipulados segundo as recomendações dos fabricantes e aplicados com uma espátula plástica (Kit do Panavia F) sobre a superfície já tratada de cada segmento cerâmico.

O conjunto cerâmica - cimento - resina composta foi posicionado em um Delineador Paralelômetro (Modelo B2, Bio-Art Equipamentos Odontológicos, Brasil) adaptado para cimentação com a superfície de cimentação perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g utilizada durante 10 minutos. Após o posicionamento do conjunto cerâmica-cimento-resina os excessos de cimento foram removidos com espátula Suprafill (Modelo 01, Duflex, Brasil) e a fotopolimerização foi realizada por 40 segundos em cada margem da linha adesiva utilizando-se uma unidade foto-ativadora (UltraLED- Ultradent® – South Jordan, Utah, EUA).

Os conjuntos cerâmica-cimento-resina composta foram lavados com jato de água e armazenados em água destilada a 37° C durante sete dias até a preparação das amostras para o ensaio de microtração (CARVALHO et al., 2011).

4.6 PREPARO DOS CORPOS DE PROVA

Para o ensaio de microtração, cada conjunto cerâmica-cimento-resina composta foi incluído em resina acrílica quimicamente ativada (Tipo Jet; Clássico; São Paulo, Brasil) com auxílio de um delineador paralelômetro e adaptado ao dispositivo de corte da Isomet® 1000 (Buehler, Illinois, EUA).



Figura 2: Delineador adaptado.



Figura 3: Conjunto cerâmica-cimento-resina antes da inclusão em resina acrílica.



Figura 4: Conjunto cerâmica-cimento-resina incluído em resina acrílica.

Os cortes foram realizados com disco diamantado (15.2 x 0.3 mm) (Buehler, New York, EUA) em baixa rotação (250 rpm) sob irrigação abundante e carga de 250kgf, da resina para a cerâmica, de tal forma que se obtivessem fatias de aproximadamente 1 mm de espessura (PEREIRA, BUONO e MOTA, 2010).

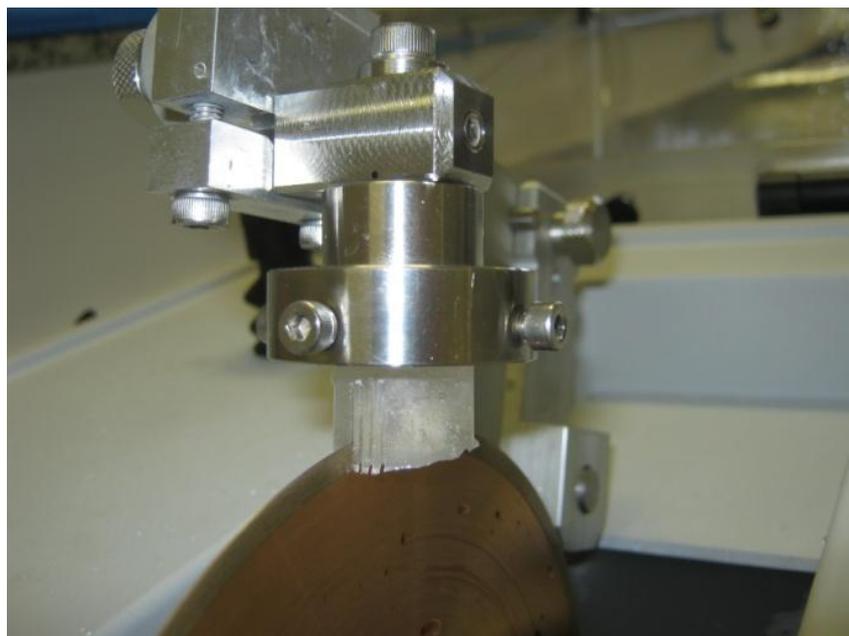


Figura 5: Vista aproximada dos primeiros cortes.

Em seguida, o conjunto foi girado em 90° e submetido a novos cortes para obtenção das microamostras. Inicialmente, cada conjunto teve 1 mm de suas faces externas seccionadas, pois existia o risco de haver excessos de cimento ao redor da interface adesiva, o que poderia influenciar na resistência à tração (VAN NOORT et al., 1989).



Figura 6: Fotografia após o giro com 90° para obtenção de novos cortes.

Cada conjunto de cerâmica-cimento-resina composta deu origem a 18 amostras que apresentaram as seguintes características: formato retangular, secção transversal quadrangular-simétrica, área adesiva de $1 \pm 0,1 \text{ mm}^2$ e comprimento de 8 mm (ABREU et al., 2011).

4.7 ENSAIO MECÂNICO DE MICROTRAÇÃO

Primeiramente a área de todas as amostras foi mensurada (largura e espessura) antes da execução do ensaio mecânico de microtração, empregando um paquímetro digital (Starret Indústria e Comércio Ltda.) com precisão de centésimo de milímetro. O valor da área juntamente com o valor de carga para rompimento da união, serviram para calcular a resistência da união à microtração (MPa), sendo calculada pela seguinte fórmula: $R_t = F/A$, onde: R_t é a resistência à tração; F , a força aplicada; e A , área de união cerâmica/cimento/resina composta.

Para realizar o ensaio mecânico de microtração, cada amostra (área reduzida e padronizada) foi colada em um dispositivo adaptado (FOSJC, UNESP, São José dos Campos) para este teste (Figura 7), com cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite Ltda., São Paulo, Brasil), de forma que apenas as extremidades da amostra estejam envolvidas. Assim, a interface adesiva permaneceu no espaço livre entre as partes do dispositivo.



Figura 7: Espécime colado ao dispositivo do ensaio de microtração.

Em seguida, o dispositivo contendo a amostra foi posicionado na máquina de ensaio universal (Modelo DL-1000, EMIC – Equipamentos e Sistemas Ltda., São José dos Pinhais. PR – Brasil) de tal forma que a superfície de união se posicionasse perpendicularmente à célula de carga de 10 Kgf (Figura 7), evitando, assim, forças de torção na zona adesiva.

Cada amostra foi submetida à tração com velocidade de 1 mm/minuto até o rompimento da união (CARVALHO et al., 2011).

4.8 ANÁLISES COMPLEMENTARES

Após o ensaio mecânico, uma lupa estereoscópica (Microscopia óptica ZEISS MC 80 DX) com 50 vezes de aumento foi utilizada para examinar as superfícies fraturadas das amostras e determinar o padrão de falha na interface cerâmica/cimento. Assim a falha foi classificada em: adesiva (zona adesiva) ou não adesiva (coesiva do substrato cerâmico ou resinoso).

Os resultados quantitativos foram avaliados pelo teste paramétrico ANOVA e pelo teste de Post Hoc com nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

Para comparação das médias de resistência de união (MPa) entre as variáveis do presente no estudo (tratamento de superfície com AFL 10%, tratamento térmico e cimento resinoso) realizou-se o teste ANOVA com nível de significância de 5%, e foi constatado que houve diferença estatística entre 1 ou mais grupos do estudo ($p=0,00$).

Para avaliar entre quais grupos houve diferenças estatísticas, utilizou-se o teste Post Hoc - Dunnett C ($p < 0,05$).

Tabela 3: Média e desvio padrão dos valores de resistência de união (MPa) obtidos para os diferentes métodos de condicionamento.

Grupos	N	Média (MPa)	Desvio padrão
ASCp	90	25,47 ^a	9,34
ASTCp	90	33,04 ^b	10,65
STCp	90	13,76 ^c	8,82
ASCr	90	24,80 ^a	7,99
ASTCr	89	23,84 ^a	7,16
STCr	90	11,41 ^c	11,71

Nos grupos ASCp e ASCr, onde foi realizado o tratamento de superfície padrão para cerâmicas ácido sensíveis e cimentação com Panavia F e RelyX, pode-se observar, de acordo com a tabela 3, que os mesmos não diferiram estatisticamente entre si (letras semelhantes).

No entanto, ao se analisar (tabela 3) o grupo ASTCp onde foi realizado o tratamento térmico do silano após o condicionamento de superfície com AFL 10% e cimentação com Panavia F notou-se que o mesmo apresentou-se estatisticamente diferente ($p < 0,05$) dos demais grupos do estudo e que obteve o maior valor médio de resistência de união ($33,04 \pm 10,65$ MPa).

Com relação aos grupos STCp e STCr, nos quais foi realizado o tratamento térmico do silano e a cimentação com Panavia F e RelyX, respectivamente, observou-se uma semelhança estatística que eles ($p = 0,12$), porém estes dois grupos se apresentaram estatisticamente diferente dos demais grupos do presente estudo ($p \geq 0,05$) (tabela 3) e com os menores valores de resistência de união: STCp ($13,76 \pm 8,82$ MPa) e STCr ($11,41 \pm 11,71$ MPa).

Com relação a análise das falhas pré-testes dos grupos do presente estudo, pode constatar uma maior quantidade de falhas pré-teste nos grupos STCr e STCp, grupos estes que não receberam a aplicação do AFL a 10% respectivamente. Os grupos ASCp, ASTCp e ASCr também apresentaram falhas pré-teste, porém em números inferiores. Já o grupo ASTCr não apresentou falhas (tabela 4).

Tabela 4: Número de falhas pré-teste e número de espécimes testados para os diferentes tipos de tratamento de superfície.

Grupos	Número de falhas pré-teste	Número de espécimes testados
ASCp	2	90
ASTCp	1	90
STCp	18	90
ASCr	1	90
ASTCr	0	89
STCr	47	90

A zona adesiva é definida como a região na qual o adesivo interage com todos os dois substratos promovendo adesão. A zona adesiva neste estudo consistiu do seguinte: a) região interfacial entre o adesivo e o cimento resinoso dentro do qual ocorre a interação molecular e união química entre os dois materiais; b) o cimento resinoso, c) região interfacial entre o cimento resinoso e a cerâmica incluindo a região do tratamento de superfície com o AFL a 10%, na qual ocorre união micromecânica e química.

A análise dos espécimes fraturados revelou que apenas uma amostra apresentou fratura dentro da zona coesiva, e todas as demais fraturas ocorreram dentro da zona adesiva.

6 DISCUSSÃO

A união entre restaurações cerâmicas e cimentos resinosos tem muitos benefícios, incluindo uma melhor retenção, melhor adaptação marginal e resistência à fratura (AKYIL et al., 2011; ATSU et al., 2006; KARA et al., 2012). A longevidade clínica destas restaurações se vincula a procedimentos de cimentação adequados, os quais são dependentes de fatores como: a composição dos materiais cerâmicos, tratamentos de superfície e agentes cimentantes (BOSCATO, 2005; CONCEIÇÃO, 2005; DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; KARA et al., 2012; MATINLINNA e VALLITTU, 2007).

A compreensão da adesão de materiais restauradores é baseada em duas teorias fundamentais: adesão química e retenção micromecânica. A primeira teoria baseia-se na adesão química, por meio das ligações moleculares feitas na interface cerâmica/cimento resinoso, e a segunda baseia-se na retenção micromecânica da superfície do material restaurador, onde a aderência é resultante da interpenetração dos componentes de duas superfícies (DILBER et al., 2012; NAGAYASSU et al., 2006). A superfície interna da restauração cerâmica deve ser tornada áspera para otimizar a retenção micromecânica do cimento, e uma das formas disto ocorrer é realizando o tratamento de superfície com AFL a 10%, que cria microporosidades sobre a superfície cerâmica, aumentando assim, o potencial de retenção micromecânica do cimento resinoso (BORGES et al., 2003; DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000; NAVES et al., 2010; ÖZCAN, ALLAHBEICKARAGHI e DÜNDAR, 2012; ÖZCAN e VALLITTU, 2003;).

O tratamento da superfície cerâmica não é padrão para todos os tipos de cerâmicas, ou seja, um tratamento que permite melhores resultados de resistência de união de um determinado tipo de cerâmica a um cimento resinoso, pode não permitir o mesmo resultado a outra cerâmica com composição química diferente. (BOTTINO et al., 2009; ÖZCAN, ALLAHBEICKARAGHI e DÜNDAR, 2012; ÖZCAN e VALLITTU, 2003). Deste modo, as cerâmicas feldspáticas são classificadas como cerâmicas ácido-sensíveis (BOTTINO et al., 2009), ou seja, sofrem degradação da

superfície pelo AFL a 10% que cria um padrão topográfico caracterizado pela presença de poros, fendas e sulcos (AIDA, HAYAKAWA e MIZUKAWA, 1995; AYAD, FAHMY e ROSENSTIEL, 2008; BRENTEL et al., 2007; CANAY, HERSEK e ERTAN, 2001; CHEN, MATSUMURA e ATSUTA, 1998; DILBER et al., 2012; LEITE, 2005; MEYER FILHO et al., 2004; ÖZCAN e VALLITTU, 2003; SARAÇOGLU, CURA e ÇÖTERT, 2004; VALANDRO et al., 2005), o qual permite que o silano e o cimento resinoso preencham essas irregularidades superficiais (AKIL et al., 2010; MELO, VALANDRO e BOTTINO, 2007; SARAÇOGLU, CURA e ÇÖTERT, 2004; SHIU et al., 2007).

Diante do acima exposto, pode-se verificar que os grupos ASCp ($25,47 \pm 9,34$ MPa) e ASCr ($24,80 \pm 7,99$ MPa) onde foi realizado o condicionamento com AFL a 10% seguido da silanização e cimentação resinosas apresentam valores satisfatórios de resistência de união (tabela 3) o que vai corroborar com os pesquisadores Akyil et al. (2011), Ayad, Fahmy e Rosenstiel (2008), Brentel et al. (2007), Brum et al. (2011), Chen, Matsumura e Atsuta (1998), Pereira, Buono e Mota (2010), Saraçoglu, Cura e Çöttert (2004), que afirmam que o condicionamento com AFL a 10% é o método de tratamento mais eficaz de superfície para uma cerâmica feldspática. Deste modo, as cerâmicas ácido-sensíveis devem ser condicionadas e silanizadas previamente à cimentação (BARGHI et al., 2000; QUEIROZ et al., 2012b; MATINLINNA e VALLITTU, 2007).

O AFL a 10%, apesar de criar um padrão micromorfológico e de modificar a molhabilidade da superfície cerâmica (AIDA, HAYAKAWA e MIZUKAWA, 1995), é considerado um material cáustico e nocivo devendo ser utilizado com muita cautela (BRENTEL et al., 2007; PEREIRA, BUONO e MOTA, 2010; POLLINGTON, FABIANELLI e VAN NOORT, 2010). Diante disso, Fabianelli et al. (2010), Hooshmand, Van Noort e Keshvad (2002) e Moharamzadeh et al. (2008), propuseram a eliminação do condicionamento com AFL a 10% e o acréscimo do aquecimento térmico do silano, uma vez que constataram em seus estudos que houve uma união efetiva entre o silano tratado termicamente e os agentes cimentantes resinosos. No entanto, no presente estudo não se constatou tal fato, uma vez que de acordo com a tabela 3, pode-se verificar que os grupos STCp

(13,76 ± 8,82 MPa) e STCr, (11,41 ± 11,71 MPa) onde foi realizado somente o tratamento térmico do silano, apresentou as menores médias de resistência de união. Tal fato pode ser justificado pela diferença no tipo de tratamento térmico utilizado nestes estudos em comparação à presente pesquisa, sendo que Fabianelli et al. (2010) e Moharamzadeh et al. (2008) utilizaram ar quente, e Hooshmand, Van Noort e Keshvad (2002) utilizaram água quente, diferentemente do que foi realizado nesta pesquisa, onde utilizou-se o tratamento térmico do silano em forno para anel a 100°C a 2 minutos. Todavia, quando se comparou com o estudo de Carvalho et al. (2011), o qual fez uso do mesmo tipo de tratamento térmico, resultados semelhantes foram obtidos.

Um fato relevante nesta pesquisa foi que o tratamento térmico do silano mostrou-se efetivo desde que se realize o condicionado com AFL a 10% previamente, o que pode ser verificado ao se observar na tabela 3, os valores médios de resistência de união dos grupos ASTCp (33,04 ± 11,65 MPa) e ASTCr (23,84 ± 7,16 MPa), em comparação aos grupos STCp (13,76 ± 8,82 MPa) e STCr (11,41 ± 11,71 MPa), onde foi realizado somente o tratamento térmico do silano, corroborando com o estudo de Carvalho et al. (2011).

Ao se avaliar a influência do tipo de cimento resinoso nos grupos onde foi realizado o tratamento térmico do silano, verificou-se que o grupo ASTCp (33,04 ± 10,65 MPa) obteve um maior valor médio de resistência de união em comparação com o grupo ASTCr (23,84 ± 7,16 MPa). Uma possível explicação para esse resultado, seria a composição química do cimento resinoso Panavia F, usado no grupo ASTCp, composição esta que contribui para uma união química estável (HOOSHMAND et al., 2012), e esta, possivelmente foi potencializada pelo tratamento térmico do silano, o que melhorou a polimerização química do cimento resinoso em questão.

Entretanto, o tipo de cimento resinoso não teve influência ao se comparar os grupos ASCp (25,47 ± 9,34 MPa) e ASCr (24,80 ± 7,99 MPa) onde se usou o padrão convencional de tratamento de superfície para as cerâmicas ácido sensíveis. Resultados semelhantes foram encontrados por Leite et al. (2003) e Leite et al.

(2004), onde os autores concluíram que o cimento resinoso convencional e o com MDP apresentaram resistência de união semelhante.

Com relação a escolha do tipo do ensaio mecânico usado neste estudo, sabe-se que uma vantagem do ensaio de microtração é que ele permite a avaliação de inúmeras espécimes de áreas de superfície adesiva pequena ($\pm 1 \text{ mm}^2$), provenientes por exemplo, de pequenos blocos de cerâmica e resina aderidos entre si como realizado neste trabalho, facilitando a real avaliação da adesão entre diferentes substratos (ABREU et al., 2011; DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000; FOWLER, et al., 1992; PASHLEY, et al., 1999; SHONO, et al., 1999), sendo por isso o ensaio mecânico escolhido nesta pesquisa. Sano et al. (1994) introduziram o ensaio de microtração justificando sua validade por ser uma metodologia que provê áreas adesivas menores, relacionadas a valores adesivos mais altos. Além disso, em sua análise ao MEV das áreas fraturadas, os autores constataram uma grande incidência de falhas adesivas.

A análise dos palitos obtida pela lupa estereoscópica, constatou-se que quase todas as fraturas ocorreram na zona adesiva, sendo detectada somente 1 fratura coesiva na porcelana. Esses resultados foram compatíveis com as informações encontradas na literatura que afirmam que o ensaio de microtração promoveria maior incidência de fraturas adesivas ou mistas do que os ensaios convencionais de resistência adesiva, os quais nos fornecem grande incidência de fraturas coesivas (DELLA BONA, ANUSAVICE e SHEN, 2000; PASHLEY et al., 1999; SANO et al., 1994; SHONO et al., 1999).

Altas incidências de falhas pré-teste (Tabela 5) foram registradas nos grupos STCr (47) e STCp (18), provavelmente, devido à frágil natureza das amostras combinada com a baixa resistência de união, proporcionada pela não realização do condicionamento com AFL a 10%. A constatação e mensuração das falhas pré-teste é extremamente importante para transmitir a realidade da análise feita quanto aos valores de resistência de união (FABIANELLI, et al., 2010).

Alguns autores (FABIANELLI et al., 2010; HOOSHMAND, VAN NOORT e KESHVAD, 2002; MOHARAMZADEH et al. 2008) comprovaram uma efetiva

resistência de união quando realizaram somente o tratamento térmico do silano. No entanto, pelos resultados obtidos neste estudo verificou-se que o tratamento térmico do silano só oferece valores satisfatórios de resistência de união quando associado ao condicionamento com AFL a 10% previamente. Todavia, salienta-se que não foi realizado neste estudo nenhum teste de durabilidade de união, sugerindo-se assim novos trabalhos, que utilizem o mesmo ensaio mecânico e o mesmo método de tratamento térmico do silano para verificar se os mesmos resultados serão observados.

7 CONCLUSÕES

De acordo com a metodologia aplicada pode-se concluir:

- A hipótese H0 foi rejeitada;

- A hipótese H1 foi parcialmente aceita, pois o tratamento térmico do silano proporcionou maiores valores médios de resistência de união desde que seja realizado em associação com o condicionamento com AFL a 10%, independente do cimento resinoso testado;

- A hipótese H2 foi parcialmente aceita, pois o cimento com MDP apresentou valor médio de resistência de união estatisticamente superior ao cimento convencional, quando foi realizado o condicionamento com AFL a 10% previamente ao tratamento térmico do silano.

REFERÊNCIAS

AIDA, M.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA, K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. **J Prosthet Dent**, St Louis, v. 73, n. 5, p. 464-470, may. 1995.

ABREU, C.W. et al. The Influence of Cutting Speed and Cutting Initiation Location in Specimen Preparation for the Microtensile Bond Strength Test. **J Adhes Dent.**, London, v.13, n.3, p.221-226, 2011.

AKYIL, M.S. et al. Shear Bond Strength of Repair Composite Resin to an Acid-Etched and a Laser-Irradiated Feldspathic Ceramic Surface. **Photomed Laser Surg.**, v.28, n.4, p.539-545, 2010.

AKYIL, M.S. et al. Microtensile Bond Strength of Resin Cement to a Feldspathic Ceramic. **Photomed Laser Surg.**, v.29, n.3, p.197-203, 2011.

ANUSAVICE, K. J. Cerâmicas odontológicas. In: ANUSAVICE, K. J. **Phillips Materiais Dentários. Trad.** 11.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan. 2005. Cap.21, p. 619-631.

AYAD, M. F.; FAHMY, N. Z.; ROSENSTIEL, S. F. Effect os surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 99, n. 2, p. 123-130, feb. 2008.

ATSU, S.S. et al. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **J Prosthet Dent.**, v.95, n.6, p.430-436, jun. 2006.

BARGHI, N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. **Compendium. Continuing Education Dent.**, v.21, n.8, p.659-662, 2000.

BORGES, G.A., et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J Prosthet Dent.**, v.89, n.5, p.479-488, may. 2003.

BOSCATO, N. **Caracterização cerâmica e avaliação fractográfica da interface adesiva com resina, após diferentes tratamentos de superfície.** 2005. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, 2005.

BOTTINO, M. A.; FARIA, R.; VALANDRO, L. F. Cimentação Adesiva de Restaurações Cerâmicas. In: BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F **Percepção - Estética em Próteses Livres de Metal em Dentes Naturais e Implantantes.** 1.ed. São Paulo: Artes Médicas. 2009. Cap.7, p. 469-542.

BRENTEL, A. S. et al. Microtensile bond strength of resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 23, n. 11, p. 1323-1331, nov. 2007.

BRUM, R. et al. The Influence of Surface Standardization of Lithium Disilicate Glass Ceramic on Bond Strength to a Dual Resin Cement. **Operative Dentistry**, v.36, n.5, p.478-485, 2011.

CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **J Oral Rehabil**, v.28, p.95-101, 2001.

CARVALHO, R. F. et al. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. **Dent Mater Journal**, Tokyo, 2011.

CARVALHO, R. L. A. et al. Indications, marginal adaptation and clinical longevity of ceramic systems for metal free: a review of literature. **Int J Dent**, Recife, v.11, n.1, p.55-65, jan/mar, 2012.

CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J Dent**, v.28, n.1, p.53-8, jan. 1998.

CONCEIÇÃO, E. N.; SPHOR, A. M. Fundamentos dos Sistemas Cerâmicos. In.: CONCEIÇÃO, E. N. et al. **Restaurações Estéticas: compósitos, cerâmicas e implantes**. Porto Alegre: Artmed, Cap.8, p.199-217. 2005.

DE GOES, M. F. Cimentos Resinosos. In: CHAIN M. C., BARATIERI L. N. **Restaurações Estéticas Com Resina Composta Em Dentes Posteriores**. São Paulo: Artes Médicas, Cap.6, p.176, 1998.

DELLA BONA, A. **Adesão as cerâmicas: evidências científicas para uso clínico**. 1.ed. São Paulo: Artes Médicas, 2009.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. **Int J Prosthodont**, St Louis, v.15, n.2, p.159-167, mar. 2002.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhes Dent**, New Malden, v.2, n.4, p.305-313, apr. 2000.

DELLA BONA, A. et al. Alterações topográficas provocadas por ácidos na superfície de diferentes cerâmicas. **Brazilian Oral Research** São Paulo, v.18, p.137-137, 2004.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J Dent Res**, Chicago, v.74, n.9, p.1591-6, sep. 1995.

DILBER, E. et al. Comparison of the Effects of Surface Treatments on Roughness of Two Ceramic Systems. **Photomed Laser Surg.**, v.30, n.6, p.308-314, jun 2012.

DÜNDAR, M. et al. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. **Dent Mater**, Copenhagen, v.23, n.5, p.630-363, may. 2007.

FABIANELLI, A. et al. The effect of different surface treatments on Bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. **J Dent**, v.38, 2010.

FOWLER, C.S. et al. Influence of selected variables on adhesin testing. **Dent Mater**, v.8, n.4, p.265-9, july 1992.

GOMES, E. A. et al. Ceramic in dentistry: current situation. **Cerâmica**, São Paulo, v.54, p.319-325, 2008.

HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dent Mater**, Copenhagen, v.18, n.2, p.179-188, mar. 2002.

HOOSHMAND, T. et al. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. **Journal of Dentistry**, v.40, n.2, p.139-145, 2012.

KARA, H.B., et al. Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic. **Lasers Med Sci.**, v.27, n.2, p.262-272, mar. 2012.

KERN, M.; HUMMEL, M. Durability of the resin bond strength to the alumina ceramic Procera. **Dent Mater**. v.20, p.498-508, 2004.

LEITE, F. P. P. **Efeito do tempo do condicionamento e da limpeza em ultrassom do precipitado do AFL sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso**. 2005. 123 f. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, 2005.

LEITE, F. P. P. et al. Resistência à microtração entre dois cimentos resinosos e uma cerâmica de silicato de lítio. **Odonto Cienc Ver Fac Odontol Univ Metodista São Paulo**, v.11, n.21 p.41-50, jan./fev. 2003.

LEITE, F. P. P. et al. Resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática reforçada por leucita e dois cimentos resinosos. **Pesq Odontol Bras**, v.18, supl.1, p.144, 2004.

LEITE, F. P. P. et al. Evaluation of the tensile bond strength between a leucite reinforced ceramic and two resin cements. **Cienc Odontol Bras**, v.11, n.2, p.29-35, abr./jun. 2008.

MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composites to etchable ceramics surface – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.34, n.8, p.622-630, aug. 2007.

MELO, R.M., VALANDRO, L.F., BOTTINO, M.A. Microtensile bond strength of a repair composite to leucite reinforced feldspathic ceramic. **Braz Dent J.**, Ribeirão Preto, v.18, n.4, p.314-319, 2007.

MEYER FILHO, A. et al. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. **Int J Prosthodont**, v.13, n.1, p.28-35, mar. 2004.

MOHARAMZADEH, K. et al. Fracture toughness of a ceramic-resin interface. **Dent Mater**, Washington, v.24, n.2, p.172-177, feb. 2008.

NAGAYASSU, M.P. et al. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. **Braz Dent J.**, Ribeirão Preto, v.17, n.4, p.290-295, 2006.

NAVES, L.Z. et al. Surface/Interface Morphology and Bond Strength to Glass Ceramic Etched for Different Periods. **Operative Dentistry**, v.35, n.4, p.420-427, 2010.

ÖZCAN, M.; ALLAHBEICKARAGHI, A.; DÜNDAR, M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clin Oral Invest.**, v.16, n.1, p.15-23, feb. 2012.

ÖZCAN, M.; VALLITTU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent Mater**, Copenhagen, v.19, n.8, p.725-731, dec. 2003.

PASHLEY, D. H. et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent.**, London, v.1, n.4, p.290-309, apr. 1999.

PEREIRA, C. N. B.; BUONO, V. T. L.; MOTA, J. M. L F. The influence of silane evaporation procedures on microtensile bond strength between a dental ceramic and a resin cement. **Indian Journal of Dental Research**, v.21, n.2, p.238-243, 2010.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bon test. **Dent Mater**, Washington, v.14, n.6, p.212-221, jun 1998.

POLLINGTON, S.; FABIANELLI, A.; VAN NOORT, R. Microtensile bond strength of a resin cement to a novel fluorcanasite glass-ceramic following different surface treatments. **Dent Mater**, Washington, v.26, n.9, p.864-872, sep. 2010.

QUEIROZ, J.R. et al. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. **Dental Materials**, v.28, n.2, p.189-196, feb. 2012a.

QUEIROZ, J.R. et al. Influence of acid-etching and ceramic primers on the repair of a glass ceramic. **Gen Dent.**, v.60, n.2, p.79-85, mar/apr. 2012b.

SANO, H. et al. Relationship between surfaces area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, Washington, v.10, n.4, p.236-240, jul 1994.

SARAÇOĞLU, C.; CURA, C.; ÇÖTERT H. S. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic sample. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.31, p.790-797, 2004.

SHIU, P. et al. Effect of feldspathic ceramic surface treatments on bond strength to resin cement. **Photomed Laser Surg.**, v.25, n.4, p.291-296, sep.2007.

SHONO, Y. et al. Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent**, New Malden, v.1, n.3, p.211-218, mar. 1999.

SOARES, E. S. et al. Surface conditioning of all-ceramic systems for bonding to resin cements. **Rev Odontol UNESP**. v.38, n.3, p.154-60, 2009.

SOUZA, R. O. A. et al. Durability of Microtensile Bond to Nonetched and Etched Feldspar Ceramic: Self-adhesive Resin Cements vs Conventional Resin. **J Adhes Dent.**, London, v.13, n.2, p.155-162, 2011.

VALANDRO, L. F. et al. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. **J Prosthet Dent**, St Louis, v.93, n.3, p.253-259, mar. 2005.

VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J Dent Res**, Washington, v.17, n.2, p.61-67, apr.1989.

VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W. H. Why do shear bond tests pull out dentin? **J Dent Res**, Washington, v.76, n.6, p.1298-307, jun. 1997.