

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

RODRIGO FURTADO DE CARVALHO

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE DIFERENTES
SILANOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UM CIMENTO
RESINOSO E UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA**

Juiz de Fora

2011

RODRIGO FURTADO DE CARVALHO

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE DIFERENTES
SILANOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UM CIMENTO
RESINOSO E UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - graduação 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

Fabíola Pessôa Pereira Leite

Juiz de Fora

2011

Carvalho, Rodrigo Furtado de.

Influência do tratamento térmico de diferentes silanos na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática / Rodrigo Furtado de Carvalho. – 2011.

113 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica)—Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2011.

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

CDU 615.461

*Dedico este trabalho aos meus pais,
Marcos Paulo de Oliveira Carvalho e
Josefina Maria Furtado de Carvalho,
responsáveis por transmitir o valor do
estudo em minha vida.*

A todos, minha eterna gratidão!

A Deus, por guiar meus passos durante toda vida e por mais este momento maravilhoso.

Ao meu pai, Marcos Paulo de Oliveira Carvalho, pelo exemplo de homem e caráter e a minha mãe, Josefina Maria Furtado de Carvalho, pelos momentos afáveis e de abdição. Unidos me proporcionaram ensinamentos eternos.

Ao meu irmão Matheus Furtado de Carvalho pelo exemplo de dedicação e garra, que motivaram a concretização de mais este sonho.

A minha irmã Renata Furtado de Carvalho pelo exemplo de alegria e paciência, ajuda fundamental para meu crescimento pessoal e profissional.

A minha namorada Roberta Henriques de Azevedo pelo amor e compreensão compartilhados durante esses anos, fundamentais na realização de mais um sonho.

A Prof.^a Dr. Fabíola Pessoa Pereira Leite pelas orientações e atenção desprendida, verdadeira mestra que por sua competência e caráter guardarei, com respeito e admiração, em minha memória.

A Prof.^a Dr. Luciana Andrea Salvio pelos ensinamentos passados durante meu curso de graduação e mestrado, exemplo de retidão e competência.

Ao Prof. Estevão Tomomitsu Kimpara pelo auxílio na realização deste estudo e ensinamentos transmitidos apesar do recente convívio.

A querida amiga Caroline Cotes Marinho pela atenção e fundamental auxílio na realização da parte experimental deste estudo.

Aos Cirurgiões-Dentistas Ariane de Oliveira Amaral e Paulo Gonçalves Fontes Junior pelas participações essenciais neste trabalho, estando sempre dispostos a contribuir.

Ao querido amigo e eterna dupla, Fernando Luiz Goulart Cruz pelos ensinamentos e experiências compartilhadas nestes 1 ano e meio.

Aos colegas de turma pelo convívio e troca de experiências.

Aos amigos de infância e àqueles que cativei nesta caminhada, pelo companheirismo.

Aos mestres, pelo ensinamento da arte odontológica e pelos exemplos de ética e humanismo.

A todos os funcionários da Faculdade de Odontologia de Juiz de Fora - UFJF pelos momentos de convívio e pelos exemplos de prestatividade e atenção.

A Faculdade de Odontologia de Juiz de Fora - UFJF pelo apoio e incentivo fornecido a este estudo, instituição que ficará guardada em minha lembrança.

A Faculdade de Odontologia de São José dos Campos - UNESP pela oportunidade de realização da parte experimental deste estudo, local onde fui recebido com grande atenção e prontidão.

RESUMO

O presente estudo teve como objetivo, avaliar a influência do tratamento térmico de diferentes silanos na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática. Foram confeccionados 72 blocos da cerâmica VITA VM7 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) e de resina composta microhíbrida (W3D MASTER – Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil) de dimensões aproximadas de 6,4 x 6,4 x 4,8mm. Os blocos foram divididos em 12 grupos (n=25) de forma aleatória e submetidos às seguintes sequências de condicionamento: G1: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano Clearfil Ceramic Primer (CCP) + Panavia F; G2: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano CCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F; G3: Silano CCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F; G4: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano CCP + Tratamento térmico(ar quente) + Panavia F; G5: Silano CCP + Tratamento térmico(ar quente) + Panavia F; G6: Silano CCP + Panavia F; G7: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano Rely X Ceramic Primer (RCP) + Panavia F; G8: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano RCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F; G9: Silano RCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F; G10: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano RCP + Tratamento térmico (ar quente) + Panavia F; G11: Silano RCP + Tratamento térmico(ar quente) + Panavia F; G12: Silano RCP + Panavia F. Para realização do tratamento térmico foi utilizado um forno Vacumat (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) sob a temperatura de 100° C durante 2 minutos ou um secador Gradiente (Gradiente, São Paulo, Brasil) sob a temperatura de 50° ± 5°C durante 1 minuto. Os corpos de prova foram analisados por meio do teste mecânico de microtração. Foi analisado 1 bloco adicional de cerâmica em cada grupo por espectrometria por

energia dispersiva (EDS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os testes ANOVA e Tukey ($p < 0,05$) foram aplicados para os valores de resistência obtidos: G1 ($9,16 \pm 0,909$); G2 ($13,15 \pm 1,100$); G3 ($9,27 \pm 1,251$); G4 ($8,95 \pm 0,954$); G5 ($12,58 \pm 1,247$); G6 ($10,76 \pm 0,969$); G7 ($16,01 \pm 0,902$); G8 ($9,57 \pm 1,065$); G9 ($12,55 \pm 0,504$); G10 ($9,66 \pm 0,646$); G11 ($2,63 \pm 0,625$); G12 ($7,77 \pm 0,653$). De acordo com a metodologia aplicada, concluiu-se que o tratamento térmico do silano pré-hidrolisado contendo MDP, realizado em forno à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 2 minutos, foi efetivo na manutenção dos valores de resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

Palavras Chave: Tratamento Térmico. Cerâmica. Resistência à Tração.

ABSTRACT

This study aimed to evaluate the influence of heat treatment of different silanes on the bond strength between a resin cement and a feldspathic ceramic. 72 blocks were made of ceramic VM7 VITA (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) and microhybrid composite resin (W3D MASTER - Wilcos of Brazil Ind. e Com., RJ, Brazil) of approximate dimensions 6,4 x 6,4 x 4,8 mm. The blocks were divided into 12 groups (n=25) at random and underwent the following sequence of conditioning: G1: Hydrofluoric Acid 9,6% + Clearfil Ceramic Primer Silane (CCP) + Panavia F, G2: Hydrofluoric Acid 9,6% + Silano CCP + heat Treatment (oven) + Panavia F, G3: Silane CCP + heat treatment (oven) + Panavia F, G4: Hydrofluoric acid 9,6% + Silane CCP heat Treatment (hot air) + Panavia F; G5: Silane CCP + heat treatment (hot air) + Panavia F; G6: Silane CCP + Panavia F and G7: Hydrofluoric Acid 9,6% + Silane Rely X Ceramic Primer (RCP) + Panavia F; G8: Hydrofluoric Acid 9,6% CPR + Silane CPR + heat treatment (oven) + Panavia F; G9: Silane CPR + heat treatment (oven) + Panavia F; G10: Hydrofluoric Acid 9,6% + Silane CPR + heat Treatment (hot air) + Panavia F ; G11: Silane CPR + heat Treatment (hot air) + Panavia F; G12: Silane CPR + Panavia F To perform the heat treatment was used an oven Vacumat (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) under the temperature of 100°C for 2 minutes or dryer Gradient (Gradient, São Paulo, Brazil) under temperature of 50° ± 5°C for 1 minute . The specimens were analyzed by means of the mechanical traction. An additional block was analyzed in each group of ceramics by energy dispersive spectrometry (EDS) and scanning electron microscopy (SEM). ANOVA and Tukey (P <0.05) were applied to the resistance values obtained: G1 (9.16 ±

0.909), G2 (13.15 ± 1.100), G3 (9.27 ± 1.251), G4 (8.95 ± 0.954), G5 (12.58 ± 1.247) and G6 (10.76 ± 0.969) and G7 (16.01 ± 0.902), G8 (9.57 ± 1.065), G9 (12.55 ± 0.504) G10 (9.66 ± 0.646), G11 (2.63 ± 0.625), G12 (7.77 ± 0.653). According to the methodology, it was concluded that heat treatment of pre-hydrolyzed silane containing MDP held in oven at 100°C for 2 minutes, was effective in maintaining the values of bond strength between the ceramic and resin cement.

Keywords: Heat Treatment. Ceramics. Tensile Strength.

RODRIGO FURTADO DE CARVALHO

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE DIFERENTES
SILANOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UM CIMENTO
RESINOSO E UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - graduação 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. Aprovada em ___de _____de 2011.

Prof. Estevão Tomomitsu Kimpara
Doutor do Departamento de Odontologia Restauradora – UNESP

Prof.^a Luciana Andrea Salvio
Doutora do Departamento de Odontologia Restauradora – UFJF

Prof.^a Fabíola Pessôa Pereira Leite
Doutora do Departamento de Odontologia Restauradora – UFJF

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Gráfico comparativo entre as variáveis Ácido fluorídrico e Tratamento térmico-----	88
FIGURA 2 - Gráfico comparativo entre as variáveis Silano e Tratamento térmic----	89
FIGURA 3 - Gráfico comparativo entre as variáveis Silano e Ácido fluorídrico-----	90
FIGURA 4 - Micrografias representativas do padrão de falha das amostras de diferentes grupos-----	94
FIGURA 5 - Espectros de raio X de uma amostra de cada grupo após o condicionamento de superfície-----	95
FIGURA 6 - A - Micrografia representativa da superfície cerâmica dos grupos que não sofreram condicionamento ácido (500X); B - Micrografia representativa da superfície cerâmica dos grupos que sofreram condicionamento ácido (500X)-----	97

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - As marcas, fabricantes, composições químicas e números de lote dos materiais-----	79
TABELA 2 - Média e desvio padrão dos dados de resistência de união (MPa) obtidos para os diferentes métodos de condicionamento -----	91
TABELA 3 - Número de falhas pré-teste e número de espécimes testados para os diferentes métodos de condicionamento-----	92

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	20
2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS- ASPECTOS GERAIS E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	20
2.2 CIMENTOS RESINOSOS	46
2.3 AGENTE DE UNIÃO SILANO	50
2.4 ENSAIOS MECÂNICOS	67
3 PROPOSIÇÃO	78
4 MATERIAIS E MÉTODOS	79
4.1 MATERIAL	79
4.2 CONFECÇÃO DOS BLOCOS EM CERÂMICA	80
4.3 CONFECÇÃO DOS BLOCOS EM RESINA	81
4.4 DETERMINAÇÃO DOS GRUPOS DO ESTUDO	82
4.5 CIMENTAÇÃO DA CERÂMICA À RESINA COMPOSTA	84
4.6 PREPARO DOS CORPOS DE PROVA	85
4.7 ENSAIO MECÂNICO DE MICROTRAÇÃO	86
4.8 ANÁLISES COMPLEMENTARES	87
5 RESULTADOS	88
6 DISCUSSÃO	98
7 CONCLUSÕES	106
8 REFERÊNCIAS	107

1 INTRODUÇÃO

Grande parte dos trabalhos restauradores estéticos apresentam as cerâmicas odontológicas como materiais de eleição, em virtude das propriedades que estes possuem: 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; GOMES *et al.*, 2008).

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 VM7 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) é uma cerâmica feldspática classificada em vítrea bifásica, constituída de Si: 19,6%; Al: 4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2% (BOSCATO, DELLA-BONA, CURY, 2004; DELLA BONA *et al.*, 2004) que é indicada para a confecção de facetas laminadas e restaurações indiretas do tipo *inlay*, *onlay* e *overlay*.

A efetividade das restaurações parciais de cerâmica, do tipo *inlay*, *onlay* e *overlay*, 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, ANUSAVICE, SHEN, 2000; MATINLINNA, 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 (BOTTINO, FARIA, VALANDRO, 2009).

As cerâmicas feldspáticas são classificadas como cerâmicas ácido-sensíveis, ou seja, sofrem degradação da superfície pelo ácido fluorídrico (AFL) a 9,6% criando um padrão topográfico que favorece a retenção micromecânica (AIDA, HAYAKAWA, MIZUKAWA, 1995; AYAD, FAHMY, ROSENSTIEL, 2008; BRENTTEL *et al.*, 2007). O condicionamento com AFL a 9,6% altera de forma significativa a morfologia superficial desse tipo de cerâmica, promovendo irregularidades na superfície pela dissolução seletiva da matriz vítrea que é representada por microporos retentivos, fendas e sulcos na superfície da cerâmica condicionada (CANAY, HERSEK, ERTAN, 2001; CHEN, MATSUMURA, ATSUTA, 1998; LEITE, 2005; MEYER FILHO *et al.*, 2004; SANO *et al.*, 1994; SHONO *et al.*, 1999).

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 agentes cimentantes de reação ácido-base (BOTTINO, FARIA, VALANDRO, 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 (triétileno 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, 1998). Foram desenvolvidos cimentos resinosos que apresentam monômeros-fosfatados MDP (10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate) em sua composição, sendo um deles o Panavia F (Kuraray-Japão). Estes monômeros apresentam capacidade de união a óxidos, o que propicia uma maior união entre o cimento e o material de confecção da restauração protética.

A cimentação de uma restauração protética é o último passo operatório após uma série de procedimentos tais como: preparo dentário, afastamento gengival, moldagem, obtenção do modelo de trabalho e etapas laboratoriais de confecção da restauração. 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 (BRENTTEL *et al.*, 2007; DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, 2002). 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 (DE GOES, 1998). A efetividade do agente silano pode variar de acordo com a marca comercial e com a forma e o tempo de armazenagem do produto, devido à sua instabilidade química.

O ácido fluorídrico 9,6% 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 ácido

fluorídrico 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. 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 (FABIANELLI, *et al.*, 2009; HOOSHMAND, VAN NOORT, KESHVAD, 2002; MOHARAMZADEH *et al.*, 2008).

Diante do que foi exposto acima, é possível se pensar na possibilidade da eliminação do condicionamento da cerâmica com ácido fluorídrico, o que poderia vir a tornar a cimentação de restaurações cerâmicas mais segura tanto para o paciente quanto para o profissional, além de tornar o procedimento de cimentação mais efetivo, uma vez que, um dos passos clínicos, no caso, o condicionamento com ácido fluorídrico, seria eliminado.

O objetivo do presente estudo é avaliar a influência de diferentes formas de tratamento térmico sobre diferentes silanos na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS- ASPECTOS GERAIS E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE

Desde 1980, as cerâmicas condicionadas por ácidos alcançaram grande aceitação junto aos profissionais Cirurgiões-Dentistas e aos pacientes por suas qualidades estéticas e compatibilidade biológica. O condicionamento da superfície cerâmica criava microporosidades que promoviam a retenção mecânica do adesivo. O condicionamento efetivo da superfície interna era, então, considerado essencial para o sucesso das restaurações cerâmicas. Diversos agentes condicionadores foram propostos para este fim, sendo o mais comum a solução de Ácido Fluorídrico (HF) a 10%. Entretanto, este era considerado nocivo à saúde e requeria um ambiente de trabalho muito ventilado. Os produtos propostos para substituir o HF eram igualmente perigosos para manipulação em consultório, o que levou Al Edris *et al.* (1990) a avaliarem o padrão de condicionamento de 3 agentes condicionadores (Super Etch®, Mirage – Ácidos Nítrico, Clorídrico e Fluorídrico, por 90s; Stripit®, National Keystone – Ácidos Fluorídrico e Sulfúrico, por 2min; Flúor Fosfato Acidulado gel® – FFA – Oral B Labs – Fluoreto de Sódio, Ácido Fluorídrico e Fosfórico, por 10min) sobre 3 cerâmicas odontológicas (Mirage®, Mirage; Vita VMK®, H. Rauter GmbH; Ceramco II®, Johnson & Johnson), sob microscopia eletrônica de varredura (MEV, 2000x). Doze espécimes de cada cerâmica foram confeccionados (12 x 12 x 1mm), sendo que seis foram deixados com o glaze final e seis foram abrasionados

com jato de Óxido de Alumínio (JOA), removendo-se o glaze. Observaram-se lacunas e canais entre 0,5 a 12µm, que pareceram maiores e mais profundos na Ceramco que na Vita e mais numerosos que na Mirage. As combinações ácidas presentes em Stript® e Super Etch® resultaram em um padrão de condicionamento semelhante, porém mais pronunciado e agressivo com o primeiro. O FFA produziu menos alterações morfológicas na superfície das cerâmicas, que se apresentaram menos retentivas. O condicionamento da cerâmica glazeada resultou em um padrão menos proeminente de rugosidade, com muitas porções intactas nas superfícies.

Chen *et al.* (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 ácido fluorídrico 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 ácido. Os valores de resistência de união maiores que 30MPa foram geralmente encontrados quando a porcelana foi atacada com ácido fluorídrico a 5% por um tempo maior que 30 segundos.

O sucesso clínico do reparo de uma restauração de cerâmica dependeria do selamento marginal e da resistência de união entre o material restaurador e a cerâmica remanescente. Pacheco *et al.* (1999) avaliaram a influência do condicionamento com HF a 10% e da aplicação do Silano na superfície de uma cerâmica feldspática sobre a resistência ao cisalhamento utilizando três sistemas adesivos. Foram confeccionados 100 discos de Duceram N®, cujas superfícies foram planificadas com lixas abrasivas números 120, 220, 320 e 400, seguida por abrasão com ponta adiamantada. As amostras foram divididas em cinco grupos, conforme o sistema adesivo utilizado, sendo que em cada grupo 10 amostras foram

silanizadas segundo as recomendações do fabricante e dez receberam apenas o adesivo após o condicionamento com ácido: 1) Porcelain Etch Gel® 2min + Silano (1 aplicação) + Resina Bond (Multi Bond Alpha®); 2) Scotchbond Etchant® 15s + Scotchprimer Ceramic Primer® (3 aplicações) + Scotchbond Adhesive® ; 3) Fluor Etchant 4min + Porcelain Repair Primer® (1 aplicação) + Optibond Adhesive® + Herculite XRV®; 4) Fluor Etchant® 4min + Silano (1 aplicação) + Resina Bond 1® ; 5) Fluor Etchant® 4min + Scotchprimer Ceramic Primer® (3 aplicações) + Scotchbond Adhesive®. Um bloco da RC Z100® (3M) foi construído com o auxílio de uma matriz metálica de 4mm de diâmetro acoplada à área de adesão da porcelana. Os CP foram armazenados à 37°C por 24h e então submetidos ao cisalhamento. Somente o agente Silano do sistema Multi Bond Alpha® não aumentou significativamente a resistência de união porcelana / resina composta. Os grupos 3 e 5 apresentaram os maiores valores de resistência de união (10,08MPa e 9,99MPa). A diferença dos resultados entre os grupos 2 e 5 (6,94MPa e 9,99MPa) deveu-se à modificação do condicionador, do ácido maléico do sistema Scotchbond Multi Uso para o Ácido Fluorídrico a 10%. A ocorrência de 17 fraturas coesivas independentemente da aplicação do Silano pôde ser atribuída à utilização do Ácido Fluorídrico a 9,6% (Porcelain Etch Gel®) por 2 minutos, que promoveu um aspecto alveolar uniforme na superfície da cerâmica, tornando-a micro-retentiva. No grupo 4, as fraturas foram coesivas na porcelana com ausência de falhas adesivas na união: o aspecto superficial sob MEV foi bastante irregular com poros extensos e profundos, semelhante ao do grupo 1, que não apresentou diferenças entre amostras silanizadas ou não. Os maiores valores de resistência de união da interface porcelana-resina foram obtidos com a utilização dos agentes de silanização Scotchprimer Ceramic Primer® e Porcelain Repair Primer®, associados ao

condicionamento com Ácido Fluorídrico à 10%. Os ácidos Porcelain Etch Gel® e Fluor Etchant® apresentaram um padrão favorável à retenção micromecânica sob microscopia óptica.

Canay *et al.* (2001) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar por meio do MEV a superfície da porcelana atacada com ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico 9,5% por 1 minuto e c) no terceiro grupo foi realizado o ataque com ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico por 1 minuto + lavagem com jato de ar/água; f) grupo 6: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 minuto + lavagem com jato de ar/água + silano; g) grupo 7: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 minuto + limpeza em ultra-som ; h) grupo 8: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 minuto + limpeza em ultra-som

+ silano; i) grupo 9: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + lavagem com jato de ar/água; j) grupo 10: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + lavagem com jato de ar/água + silano; k) grupo 11: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + limpeza em ultra-som ; l) grupo 12: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + limpeza em ultra-som + silano. Na primeira parte da pesquisa foi realizado um estudo das características topográficas da superfície atacada por ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico, nesta última pôde-se notar a presença de microporos e lacunas. O padrão topográfico do ataque do ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico por 4 minutos. O pico do flúor nas amostras atacadas com ácido fluorídrico por 4 minutos foi maior que por 1 minuto. Os autores concluíram com relação à qualidade do ataque com ácido fluorídrico 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.

Em 2002, Della Bona e Anusavice testaram diferentes mecanismos de condicionamento em diferentes tipos cerâmicos, avaliando microestrutura e composição. Análises qualitativas e quantitativas de 15 cerâmicas foram realizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura, difração de raio-X, profilometria óptica e espectroscopia dispersiva de comprimento de onda baseada em Phi-Rho-Z. Todos os espécimes cerâmicos foram polidos com diamantes de 1 μ m, e submetidos a diferentes tipos e tempos de condicionamento: bifluorido de amônia por 1 minuto; ácido Fluorídrico (AFL) 9,6% por 2 minutos; e Flúor Fosfato acidulado (FFA) 4% por 2 minutos. O AFL produziu um ataque irregular gerando poros com aspecto topográfico característico. O bifluorido de amônia promoveu nas superfícies cerâmicas atacadas uma maior quantidade de fendas, e o FFA gerou uma melhora dos precipitados superficiais. Foram encontradas mudanças topográficas nas cerâmicas após os ataques ácidos por causa da alta concentração de alumina e baixa reatividade química. As observações sugeriram que os mecanismos de condicionamento são diferentes para os três ácidos, com o AFL produzindo um condicionamento de melhor qualidade.

Em 2003, Andreato Filho *et al.* avaliaram o efeito da ciclagem térmica sobre a resistência adesiva entre a superfície cerâmica do In-Ceram (Vita-Zahnfabrik) e o cimento resinoso (Panavia F). Foram fabricados 9 blocos cerâmicos com dimensões de 5 x 6 x 6mm. Uma das faces com 5 x 6mm de cada bloco cerâmico foi condicionada com cobertura de sílica (Sistema Rocatec) e em seguida cimentada

com Panavia F a outro bloco idêntico de resina composta (Clearfil APX). Os grupos formados por cerâmica, cimento e resina composta foram cortados em 60 corpos-de-prova com dimensões de 10 x 1 x 1mm e área adesiva que apresentava $1\text{mm}^2 \pm 0,1\text{mm}^2$. Os corpos-de-prova foram divididos em 3 grupos (n=20): G1 - armazenagem durante 14 dias em água destilada à 37°C; G2 - 6000 ciclos térmicos (5°C - 55°C, 30s em cada temperatura); G3 - 12000 ciclos térmicos (5°C - 55°C, 30s em cada temperatura). Após os condicionamentos térmicos, os corpos-de-prova foram fixados com adesivo de cianoacrilato ao dispositivo de microtração e testados em uma máquina de ensaio universal (EMIC-DL-1000) com velocidade constante de 0,5mm/min. Os dados foram submetidos aos métodos estatísticos de ANOVA e Tukey. Os resultados indicaram que os valores médios de tensão de ruptura (MPa) de G1 (14.97 ± 4.68) não diferiram estatisticamente ($P < 5\%$) de G2 (12.27 ± 4.72), porém houve diferença significativa entre G1 e G3 (9.89 ± 4.16). Concluiu-se que a termociclagem reduziu os valores de resistência adesiva significativamente quando os corpos-de-prova foram submetidos a 12000 ciclos.

Borges *et al.* (2003) avaliaram a topografia superficial de 6 cerâmicas diferentes após cada ataque de AFL ou jateamento de óxido de alumina. Cada 5 copings de IPS Empress, IPS Empress2 (0,8mm de espessura), Cergogold (0,7mm), In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera (0,8mm) foram fabricados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Estes foram seccionados longitudinalmente em 4 partes iguais por discos de diamante. Os resultados em 3 grupos com diferentes tratamentos de superfície: G1 - tratamento de superfície adicional, recebido de laboratório (controle); G2 - tratamento com jateamento de óxido de alumina 50µm; G3 - tratamento com AFL 10% (20 segundos para IPS Empress2, 60 segundos para IPS Empress e Cergogold; 2 minutos para In-Ceram Alumina, In-

Ceram Zircônia e Procera). O jateamento com partículas abrasivas modificou a morfologia superficial das cerâmicas IPS Empress, IPS Empress2 e Cergogold. A topografia superficial dessas cerâmicas exibiu irregularidades ausentes no grupo controle. Para o Procera, o jateamento com óxido de alumina 50 μ m produziu uma superfície nivelada. O jateamento para o In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia não alterou as características morfológicas e o mesmo foi verificado no grupo controle. Para IPS Empress2, o ataque ácido produziu cristais espalhados e pequenas escavações irregulares. Para IPS Empress e Cergogold, as características morfológicas foram poros menores na superfície cerâmica. Os tratamentos de superfície para In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera não tiveram alterações em suas estruturas superficiais. Ataque com AFL e jateamento com óxido de alumina 50 μ m aumentaram as irregularidades nas superfícies da cerâmica IPS Empress, IPS Empress2 e Cergogold. Tratamentos similares para In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera não sofreram alterações em suas microestruturas morfológicas.

Em 2003, Della Bona, Anusavice e Mecholsky utilizaram os princípios de fractografia para classificar o modo de falha de uma resina composta unida a um espécime cerâmico para teste de microtração. Foram selecionados para o estudo a cerâmica a base de leucita (IPS Empress-E1) e a cerâmica a base de dissilicato de lítio (IPS Empress2-E2). Foram polidos 50 blocos de E1 e E2 com partículas de alumina abrasiva de 1 μ m. O tratamento de superfície cerâmica foi aplicado a 3 blocos de cada cerâmica: G1 - AFL 9,6% por 2 minutos; G2 - FFA 4,0% por 2 minutos; G3 - aplicação de silano; G4 - AFL 9,6% por 2 minutos + silano; G5 - FFA 4,0% por 2 minutos + silano. Os cimentos resinosos e as resinas compostas foram aplicados em todas as superfícies tratadas e foto ativadas. Foram preparados 20

espécimes de cada grupo (resina-cerâmica), estocados em água destilada a 37°C por 30 dias, para análise da falha sob tensão na máquina de ensaios Instron. As fraturas de superfície foram examinadas utilizando MEV e ponto de raios-x mapeado. As análises estatísticas foram feitas utilizando ANOVA, teste múltiplo de Duncan e análise de Weibull. Concluiu-se que tratamentos de superfície similares foram associados com significativa diferença de força de união e modo de falha por E1 e E2. Todas as fraturas ocorreram na zona adesiva. A diferença microestrutural após o ataque das cerâmicas E1 e E2 foi o maior fator de controle na adesão. A qualidade da adesão não pode se basear apenas nos valores da força de união. O modo de falha e a análise fractográfica podem promover uma importante informação para avaliar previamente os limites no desempenho clínico.

Em 2003, Özcan e Vallittu avaliaram o efeito de 3 diferentes métodos de condicionamento de superfície na força 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 ácido fluorídrico 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 força de união encontrada entre cimento resinoso e cerâmica foi mensurada por uma máquina universal de testes (1mm/min.). Em condições a seco, as cerâmicas glaseadas que sofreram ataque ácido exibiram resultados significativamente maiores (26,4-29,4MPa) do que as cerâmicas infiltradas por alumina (5,3-18,1MPa) ou por dióxido de

zircônia (8,1MPa) (ANOVA, $P < 0,001$). O condicionamento aumentou significativamente a resistência de união para cerâmicas altamente aluminizadas (8,5-21, 8MPa) e para cerâmicas glaseadas infiltradas por dióxido de zircônia (17,4MPa) 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 ácido fluorídrico 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 força de união para as cerâmicas altamente aluminizadas e os valores aumentaram significativamente após a cobertura de sílica e a silanização.

O estudo da composição e microestrutura de um material cerâmico é importante para o entendimento das propriedades mecânicas, térmicas e ópticas. Boscato, Della Bona e Cury(2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar a microestrutura, composição e algumas propriedades físicas da nova cerâmica Vita VM7 (Vita Zanhfabrik). Foram confeccionados oito corpos-de-prova de VM7, conforme as instruções do fabricante e normas da ISO 6872 e polidos até granulação de 1200. Foram executadas análises quantitativas e qualitativas usando MEV, *backscattered imaging* (BSI), EDS e princípios de estereologia. O módulo de elasticidade (E) e a relação de Poisson (ν) foram determinados usando-se ondas ultra-sônicas e a densidade (d) usando um picnômetro de hélio. Os resultados foram os seguintes: a) E: 58,1 Gpa; b) ν : 0,25; d: 2,59 g/cm³. MEV, EDS, BSI revelaram a seguinte composição: Si :19,6%; Al:4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2%. Os autores concluíram que a *Vita VM7* apresenta valores de E, ν e d

adequados para uso como cerâmica de cobertura em infra-estrutura com coeficiente térmico similar. As duas fases vítreas, com espectro bem definido e elevado de Si, conferem-lhe nomenclatura vítrea bifásica.

Della Bona *et al.* (2004) afirmaram que a retenção micromecânica na superfície cerâmica é um dos mecanismos de adesão às resinas. Realizaram um estudo cujo objetivo foi analisar o efeito de três ácidos sobre diferentes tipos de cerâmica, testando a hipótese de que o tratamento com ácido fluorídrico (AF) produz a maior média de rugosidade superficial (Ra) nos tipos de cerâmicas testadas. Espécimes de um vidro monofásico (Duceram LFC, Ducera LC), duas cerâmicas feldspáticas (Ceramco II, Ceramco-C2; VMK95, Vita-VD) e duas injetáveis sob calor, uma à base de leucita (IPS Empress, Ivoclar, E1) e outra à base de dissilicato de lítio (IPS Empress 2, Ivoclar, E2) foram fabricados e polidos até a lixa de 1200 e divididos em quatro grupos (n=10) para os seguintes tratamentos de superfície: a) AP - sem tratamento (controle); b) APF - fluorofosfatoacidulado 4% (Mirage) por 2 minutos; c) ABF - bifluoreto de amônia 10% (Dentsply) por 1 minuto; d) AFL - ácido fluorídrico 9,5% (Ultradent) por 1 minuto. Os valores de Ra obtidos foram medidos por um perfilômetro óptico (Wyko NT1000) e analisados estatisticamente por ANOVA. A MEV foi usada para análise qualitativa das mudanças topográficas. Os valores médios de Ra (nm) foram os seguintes: a) LC: AP-91, APF-101, ABF-456, AFL-982; b) C2: AP-85, APF-175, ABF-317, AFL-704; c) VD: AP-95, APF-120, ABF-197, AFL-1390; d) E1: AP-117, APF-159, ABF-646, AFL-799; e) E2: AP-184, APF-194, ABF-545, AFL-604. Como conclusão os autores afirmaram que as médias de Ra foram estatisticamente maiores após o uso do AFL, confirmando a hipótese inicial. MEV confirmou essa tendência revelando superfícies mais retentivas após a aplicação de AFL.

Hummel e Kern (2004) desenvolveram um estudo *in vitro* onde o objetivo foi avaliar, por meio do teste de resistência a tração, diferentes sistemas de condicionamento de superfície de uma cerâmica a base de alumina densamente sinterizada (Procera), e a durabilidade desta união. Foram confeccionados tubos de acrílico preenchidos com resina composta que posteriormente, foram aderidas aos discos de cerâmica Procera (99% Al₂O₃), que eram fornecidos pelo fabricante no seu estado original ou que foram jateados para o condicionamento de superfície. Grupos de 20 espécimes foram colados em um aparelho de alinhamento usando 10 métodos de ligação. Subgrupos de 10 espécimes unidos foram testados para avaliar a resistência à tração após armazenagem em água destilada à 37°C durante 3 dias ou 150 dias. Além disso, os espécimes submetidos a 150 dias de armazenagem foram termociclados 37.500 vezes. As análises estatísticas foram realizadas com o teste de Kruskal-Wallis seguido de comparação de pares múltiplos de grupos utilizando o teste de Wilcoxon. Os grupos não jateados mostraram forças de ligação relativamente pobres independente dos tempos de armazenagem. Todas as amostras dos grupos não jateados submetidas a 150 dias de armazenagem descolaram espontaneamente. Resistências adesivas iniciais moderadas a relativamente altas, entre 18 e 39MPa, foram alcançadas nas espécimes jateadas utilizando o cimento resinoso PMMA Superbond C & B ou o cimento resinoso Variolink II ou através do revestimento de sílica e silanização em combinação com Variolink II. No entanto, nestes grupos, após 150 dias de armazenamento as forças de união diminuíram significativamente. O cimento resinoso Panavia 21 contendo monômero fosfatado apresentou a maior resistência de união à cerâmica Procera jateada, não apresentando diminuição significativa da força de união ao longo do tempo de armazenamento. Além disso, os fortes laços de grupos jateados colados

com Variolink II após condicionamento da cerâmica com silano Alloy Primer ou Monobond S. foram relativamente elevados e também não diminuíram significativamente depois de 150 dias de armazenagem. Usando dez sistemas de ligação, uma união estável entre resina e cerâmica Procera poderia ser alcançada após o jateamento e utilizando os cimentos resinosos Panavia 21 ou Variolink II após o acréscimo do silano Alloy Primer ou Monobond S.

Estudo *in vitro* realizado por Saraçoğlu, Cura e Çöttert (2004) avaliou por meio de ensaio de cisalhamento, diferentes métodos de condicionamento de superfície cerâmica. Foram fabricadas 90 unidades cerâmicas. Cada unidade 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: ácido fluorídrico 4,9% para 10, 20 e 40 segundos; ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico, 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.

Segundo Anusavice (2005), as cerâmicas odontológicas têm sido empregadas como material restaurador desde 1770, sendo até hoje utilizadas por serem um material restaurador de boas propriedades estéticas e que melhor simula a aparência de uma dentição natural. As principais vantagens responsáveis pela sua grande aceitação são alta resistência à compressão e abrasão, biocompatibilidade, estabilidade química, propriedades estéticas favoráveis, além da condutibilidade térmica e do coeficiente de expansão térmica similares ao da estrutura dentária. 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. Outra importante propriedade do feldspato é sua tendência a formar leucita mineral cristalina quando fundido. A leucita é um mineral silicato-potássio-alumínio com alto coeficiente de expansão térmica, quando comparado aos vidros feldspáticos. As porcelanas feldspáticas contêm uma variedade de componentes óxidos, incluindo o SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O e certos aditivos incluindo Li_2O e B_2O_3 . Estas cerâmicas são chamadas de porcelanas porque têm uma matriz vítrea e uma ou mais fases cristalinas.

O efeito do tratamento de superfície na resistência de união à tração entre resina e as cerâmicas IPS Empress[®] (E1) e Vita VM7[®] (V7) e modo de falha na interface foi avaliado por Boscato (2005), que testou a hipótese de que a resistência de união seria controlada pelo tratamento de superfície das cerâmicas. Foram confeccionados 10 blocos de uma cerâmica à base de leucita (E1) e de uma cerâmica feldspática com duas fases vítreas (VM7[®]), que foram polidos até a granulação de 1 μ m. Os blocos de cada cerâmica foram divididos, aleatoriamente, em dois grupos e tiveram suas superfícies tratadas como segue (n=5): Grupos E1AFL e V7AFL – aplicação de AFL 9,5% (AFL – Ultradent[®]) por 60 segundos; Grupos E1CS e V7CS – jateamento com partículas de alumina modificadas por sílica (CS – Cojet System[®]) por 15 segundos. As superfícies cerâmicas tratadas foram lavadas, secas e o silano foi aplicado deixando-o evaporar. Foram aplicadas duas camadas finas de adesivo (Single Bond[®]), seguido da aplicação de camadas de 2mm de resina composta (Z-250[®]), que foram fotopolimerizadas durante 40 segundos cada uma. Os blocos cerâmica/adesivo/resina composta foram seccionados em dois eixos, X e Y, obtendo-se corpos-de-prova em forma de barras (n=30), com área adesiva média de 1,04mm². Os corpos-deprova foram armazenados em água destilada a 37°C por uma semana antes do teste de tração em uma máquina de ensaios universal com velocidade de carga de 1.0mm/minuto⁻¹, seguido da análise microscópica da superfície fraturada. A análise estatística foi realizada pela análise de variância, teste de Tukey ($\alpha = 0.01$) e análise de Weibull. As médias e desvio padrão da tração (MPa) foram: E1AFL – 29,8 \pm 4,5 (a); E1CS – 24,6 \pm 5,6 (b); V7AFL – 22,3 \pm 4,0 (b); V7CS – 15,7 \pm 6,9 (c). Os valores médios de tração do Grupo E1AFL foram significativamente maiores que os valores médios dos demais grupos (p=0,0001). As duas cerâmicas apresentaram valores médios de

tração significativamente maiores quando tratados com AFL do que com CS ($p=0,0001$). Todas as fraturas ocorreram dentro da zona adesiva. O módulo de Weibull foi mais alto para o Grupo E1AFL (7,66), e o Grupo V7CS mostrou o valor mais baixo (2,54). Os resultados confirmaram a hipótese de que a resistência à tração da resina à cerâmica foi controlada, primariamente, pelo tratamento de superfície do material cerâmico.

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 XTM 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.

Em 2005, Valandro *et al.* avaliaram o efeito da cobertura de sílica na cerâmica de alumina densamente sinterizada, referente à sua força de união ao composto, utilizando agentes resinosos de união. Blocos cerâmicos (6 x 6 x 5mm) e compostos foram feitos. As cerâmicas (Procera All Ceram) foram polidas e os blocos foram divididos em 3 grupos ($n=5$): SB - jateamento com Al_2O_3 110 μ m; RS - cobertura de sílica utilizando sistema Rocatec; CS - cobertura de sílica utilizando sistema Cojet. Os blocos cerâmicos tratados foram unidos aos blocos de compósitos (W3D Master) utilizando o cimento resinoso (Panavia F). Os espécimes foram estocados em água destilada à 37°C por 7 dias e cortados em ângulos, x e y, obtendo espécimes de aproximadamente 0,6mm² ($n=30$) de área de união. Os espécimes foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA e teste de Tukey's ($\alpha=0,05$). Superfícies fraturadas foram examinadas utilizando microscópio óptico e MEV para determinar o tipo de falha. Espectrometria de energia dispersiva foi utilizada para análise da composição das superfícies. Os valores encontrados (MPa) dos grupos RS ($17,1 \pm$

3,9) ($P=0,00015$) e CS ($18,5 \pm 4,7$) ($P=0,00012$) foram significativamente maiores do que os valores do grupo SB ($12,7 \pm 2,6$). Todas as falhas ocorreram na área adesiva. Os sistemas de cobertura com sílica aumentaram os valores da força de união entre Panavia F e Procera All Ceram.

Em 2006, Amaral *et al.* avaliaram o efeito de 3 métodos de condicionamento de superfície na resistência à microtração entre cimento resinoso e cerâmica glaseada a base de alumina reforçada com zircônia. Foram fabricados 30 blocos ($5 \times 5 \times 4$ mm) de cerâmica In-Ceram Zirconia (InCeram Zirconia - INC-ZR, VITA) de acordo com as instruções do fabricante e duplicada em resina composta. Os espécimes foram polidos e submetidos a um dos 3 métodos de tratamento ($n=10$): G1 - jateamento com O_3Al_2 $110\mu\text{m}$ + silanização; G2 - cobertura com SiO_x $110\mu\text{m}$ (Rocatec Pre and Plus, 3M ESPE) + silanização; G3 - cobertura com SiO_x $30\mu\text{m}$ (Cojet, 3M ESPE) + silanização; Os blocos resina-cerâmica foram cimentados com cimento resinoso (Panavia F) e armazenados a 37°C em água destilada por 7 dias. Os blocos foram cortados sob irrigação para produção dos palitos com área adesiva de aproximadamente $0,6\text{mm}^2$. A resistência à microtração foi testada em uma máquina de ensaio universal ($v=1\text{mm}/\text{min}$). As médias das resistências de cada bloco foram analisadas utilizando ANOVA e Tukey ($\alpha \leq 0,05$). Constatou-se que a cobertura de sílica com a silanização utilizando partículas de $110\mu\text{m}$ ou $30\mu\text{m}$ de SiO_x , aumentaram significativamente a resistência à microtração entre o cimento resinoso e a cerâmica a base de zircônia comparado ao jateamento de O_3Al_2 $110\mu\text{m}$.

Estudo *in vitro* realizado por Nagayassu *et al.* (2006) avaliou o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso. Foram confeccionados 60 pares de discos de cerâmica aluminizada a 50%, de 6mm de diâmetro por 3mm de espessura (A) e 3mm de

diâmetro por 3mm de espessura (B). Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 6 grupos (n=10 pares), de acordo com os tratamentos de superfície: G1 - condicionamento com AFL 10% por 2 minutos; G2 - condicionamento com AFL 10% por 4 minutos; G3 - jateamento com óxido de alumínio (50 μm) por 5 segundos; G4 - jateamento seguido de AFL 10% por 2 minutos; G5 - jateamento seguido de AFL 10% por 4 minutos; G6 - controle. Em seguida, foi aplicado silano na superfície tratada de ambos os discos, e os discos B foram cimentados sobre os respectivos discos A, utilizando o cimento resinoso dual Bistite II DC. Os espécimes foram armazenados em água destilada à 37°C por 24 horas, para posterior teste de cisalhamento em máquina de ensaio universal. As médias em MPa foram: G1: 14,21 \pm 4,68; G2: 8,92 \pm 3,02; G3: 10,04 \pm 2,37; G4: 12,74 \pm 5,15; G5: 10,99 \pm 3,35; G6: 6,09 \pm 1,84. Os dados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($P < 0,05$). O condicionamento ácido por 2 minutos apresentou resultados significativamente superiores ao condicionamento por 4 minutos ($P < 0,05$) e ao grupo controle ($P < 0,05$), porém não diferiu estatisticamente do jateamento, associado ou não ao AFL ($P > 0,05$). Concluiu-se que o condicionamento com AFL por 2 minutos produziu uma retenção micromecânica favorável, que aumentou a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica.

Em 2007, Della Bona *et al.* caracterizaram a microestrutura, composição e algumas propriedades físicas das cerâmicas glaseadas infiltradas por zircônia e alumina (IZ) e os efeitos do tratamento de superfície na topografia. Os espécimes foram fabricados de acordo com as instruções do ISSO6872 e polidos com jato de alumina 1 μm . Foram feitas análises quantitativas e qualitativas com MEV, imagens retro espalhadas (BSI), espectroscopia dispersiva de elétrons (EDS) e estereologia. O módulo de elasticidade (E) e a taxa de falha (V) foram determinadas utilizando

ondas ultra-sônicas, e a densidade (ρ) utilizando o pionômetro de hélio. Para o tratamento das superfícies cerâmicas foram usadas: G1 - Somente o polimento; G2 - ataque com AFL 9,5% por 90 segundos; G3 - jateamento com O_3Al_2 25 μ m por 15 segundos; G4 - aplicação de sílica 30 μ m por 15 segundos. Um profilômetro óptico foi usado para examinar a rugosidade superficial e MEV - EDS foram usados para mensurar a quantidade de sílica após todos os tratamentos. Os maiores valores encontrados para IZ foram: $\rho=4.45 \pm 0.01g/cm^3$; $V=0,26$ e $E=245GPa$. Os maiores valores de rugosidade foram similares para G1 e G2, mas aumentaram significativamente para G3 e G4 ($p \leq 0,05$). A concentração de Si (K) na superfície aumentou 76% após o tratamento de G4. O AFL é um tratamento de superfície inadequado para união entre resina e cerâmica. Tratando IZ com G3 ou G4, obtiveram-se melhores valores de rugosidade e o G4 apresentou um aumento significativo na concentração de sílica na superfície.

Em 2007, Melo, Valandro e Bottino avaliaram a resistência de união, por meio do ensaio de microtração, entre uma resina composta e uma cerâmica feldspática reforçada com leucita (Omega 900, VITA) submetida a dois métodos de condicionamento de superfície: 1) ataque com AFL + silano ou 2) preparação química com revestimento de sílica. A hipótese nula é que ambos os tratamentos superficiais podem gerar forças de adesão semelhantes. Foram fabricados 10 blocos cerâmicos (6 x 6 x 6mm) distribuídos aleatoriamente em 2 grupos ($n=5$), de acordo com o método de condicionamento: G1 - condicionamento com AFL 10% (2 minutos) acrescido de lavagem e de secagem, seguida por aplicação de silano (30 segundos); G2 - jatos com partícula abrasivas de óxido de sílica 30 μ m (CoJet) por 20 segundos, seguido por aplicação de silano (5 minutos). O sistema adesivo Single Bond foi aplicado às superfícies e fotoativados (40s). Incrementos de resina

composta Z250 foram colocados sobre a superfície cerâmica para a construção de um bloco (6 x 6 x 6mm). Os espécimes com uma área adesiva de aproximadamente $1 \pm 0,1\text{mm}^2$ foram obtidos a partir dos blocos de compósitos-cerâmica (6 por bloco e 30 por grupo) para o teste de microtração. Não houve diferença estatisticamente significativa entre G1 ($10,19 \pm 3,1$ MPa) e G2 ($10,17 \pm 3,1$ MPa) ($P=0,982$) (test Student; $\alpha=0,05$). A hipótese nula foi, portanto, aceita. As superfícies cerâmicas condicionadas obtiveram resultados de resistência de união semelhantes para ambos os tratamentos de superfície avaliados.

Ayad, Hahmy 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 9,5%; 2) condicionamento com PHA 50%; 3) condicionamento com PHA 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 $0,05\text{mm}/\text{minuto}$. 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] μm) por superfície cerâmica tratada com óxido de alumínio 50 μm . Os espécimes tratados com PHA 50% resultaram em uma superfície mais lisa (1.02 [0.38] μm). A resistência de união ao cisalhamento mais alta para o esmalte (14.7 [0.6]MPa) e dentina (8.2 [1.5]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 PHA 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 PHA mostrou-se como o tratamento de superfície menos efetivo.

Segundo revisão literária realizada por Gomes *et al.* (2008), as cerâmicas dentais são conhecidas pela sua excelência em reproduzir artificialmente os dentes naturais. No século XVIII foi empregada pela primeira vez na Odontologia como dente artificial para próteses totais. A partir do século XX passou a ser utilizada para a confecção de restaurações metalocerâmicas e mais recentemente, com o aprimoramento da tecnologia cerâmica, surgiram as restaurações livres de metal. As cerâmicas têm apresentado rápida evolução em âmbito científico com o intuito de melhorar suas propriedades físicas e mecânicas para suprir as necessidades estéticas que são cada vez mais exigidas pela sociedade moderna. Nesse contexto, é preciso conhecer cada sistema cerâmico disponível atualmente no mercado, desde suas principais características até suas limitações, para saber indicá-lo de modo correto em cada situação clínica específica.

Em 2008, Kontonasaki *et al.* investigou as mudanças microestruturais em 3 cerâmicas após a sinterização de acordo com as prescrições do fabricante e comparativamente avaliou suas propriedades físicas, mecânicas e biológicas. A

análise das presentes fases em cada material e após a sinterização foi realizada com um microscópio eletrônico de varredura (MEV), espectrometria por raio infravermelho (ERI) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS). As propriedades térmicas dos espécimes cerâmicos foram avaliadas com um termo diferenciador e análises termogravimétricas (TG-DTA). As propriedades mecânicas avaliadas foram tenacidade à fratura, módulo de elasticidade e microdureza com o método Vickers. ANOVA e Bonferroni foram usados para determinar as diferenças estatísticas significativas ($P < 0,05$). Os resultados demonstraram uma variação entre 3 composições cerâmicas de leucita. A cerâmica glaseada de baixa fusão e a cerâmica a base de leucita de alta fusão apresentaram força de união e microdureza significativamente maiores e módulos de elasticidade mais baixos comparada à cerâmica feldspática de baixa fusão. As variações na composição, distribuição e estrutura cristalina foram relatadas por diferentes mecanismos da cerâmica dental.

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 ácido HF 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.

Em 2009, Rodrigues Júnior, Ferracane e Della Bona investigaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união de resinas compostas reparadas. Foram confeccionados 40 blocos de Filtek Z250 (Z2) e Filtek Supreme (SU), estocados em água deionizada por 9 dias e aleatoriamente selecionadas para diferentes grupos de tratamento de superfície: HA - ataque com AFL 9,5% por 2 minutos; AB - jateamento com diamantes grossos; AO - jateamento com partículas de alumina 25µm; SC - cobertura de sílica. A avaliação da rugosidade das superfícies tratadas foi mensurada com um perfilômetro. O sistema adesivo (SB - adper single Bond plus), o silano (SI) ou a combinação de ambos (SI+SB) foram aplicados após cada tratamento de superfície. Os blocos foram restaurados com o mesmo composto (RC) e cortados, produzindo palitos que tinham 0,5mm² de área de secção transversal. Os espécimes (n=30) foram testados à fratura de tração e a força de união foi calculada. Os dados foram analisados utilizando ANOVA, teste Tukey e análise de Weibull. Os grupos AO e SC produziram valores de rugosidade similares. Os valores de resistência de união foram estatisticamente influenciados pelo tipo de RC ($P < 0,0001$) e pelo tratamento de superfície ($P < 0,0001$). Tratando a superfície de Z2 com SC + SB foi obtido o maior valor. Os melhores valores de resistência de união foram obtidos por AO e SC, independente do sistema usado (SI, SB, SI + SB). A microestrutura de RC influenciou os valores encontrados. O tratamento HA não deve ser usado para reparar resinas compostas.

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 \times 1,0 \times 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 ($27,79 \pm 6,94$) em comparação com o dissilicato de lítio ($13,57 \pm 4,52$) ($P < 0,05$). O condicionamento com AFL resultou na menor resistência de união ($8,79 \pm 2,06$) para o fluorcanasite, mas maior para o dissilicato de lítio ($24,76 \pm 9,38$). Quanto à durabilidade, o fluorcanasite usinados ($15,24 \pm 5,46$), demonstrou resistência de união significativamente maior do que o dissilicato de lítio usinadas e condicionadas com ácido fluorídrico ($12,28 \pm 3,30$). Concluíram que a superfície interna das cerâmicas fluorcanasite devem manter o acabamento usinado e ser tratada diretamente com silano. O uso do ácido HF é contra indicado.

2.2 CIMENTOS RESINOSOS

Um dos passos mais críticos da utilização de restaurações cerâmicas é a cimentação. Os agentes cimentantes deveriam atender a duas condições: tempo de trabalho longo o bastante para permitir a colocação cuidadosa e remoção dos excessos, e tempo de presa tão curto que garantisse resistência para os ajustes iniciais e mastigação. Braga *et al.* (1999) avaliaram *in vitro* a resistência de união por cisalhamento entre a dentina e a cerâmica Ceramco® II silanizada, utilizando um cimento de ativação dual e um químico. Espécimes cônicos da porcelana tiveram sua superfície menor condicionada com HF (9%) por 5min, lavada por 1min e seca com jato de ar. Aplicou-se então Ácido Fosfórico 37% (AF) por 90s, enxaguado e seco, seguido de duas camadas de Silano (Herculite Porcelain Repair Bonding System®, Kerr). Após 1min a superfície foi novamente lavada por 1min e seca com jato de ar. O adesivo Optibond® (Kerr) foi aplicado e fotoativado por 30s. Na superfície dentinária aplicou-se AF por 15s, enxaguado por 15s, seguido da aplicação e fotoativação do adesivo. Os CR de dupla ativação (Porcelite®, Bisco; Dual®, Vivadent) e quimicamente ativado (C&B™, Bisco) foram manipulados e aplicados segundo as orientações dos fabricantes. Três minutos após o início da mistura, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 10, 30 e 90min ou 7 dias. Os 5 CP de cada grupo foram submetidos ao ensaio de cisalhamento sob força de 8kgf/min. A resistência média foi menor para o cimento químico que para os duais. Para o fator tempo, não houve diferença estatisticamente significativa entre 10 e 30 minutos ($\pm 14\text{MPa}$ para os duais, $\pm 4\text{MPa}$ para o químico). Aos 90 minutos esses valores médios aumentaram para $\pm 20\text{MPa}$ e $\pm 10\text{MPa}$,

respectivamente, e aos 7 dias para ± 71 MPa e ± 60 MPa. O desvio padrão observado após 7 dias foi muito alto, impedindo a detecção de diferenças estatisticamente significativas. Os autores relacionaram o alto desvio padrão com as diferenças inerentes ao substrato dentinário, assim como à dificuldade de proporcionamento dos cimentos, realizada sob critérios visuais, dispensando-se quantidades iguais da pasta base e catalisadora. A resistência de união do cimento dual foi três vezes maior que a do químico aos 90 minutos, mas esses valores ficaram bem próximos após 7 dias, sugerindo que a cerâmica cimentada com compósito químico não deveria ser submetida a estresse nos primeiros 90 minutos após a fixação. Os autores salientaram ser importante definir não apenas a resistência máxima dos cimentos, mas também seu comportamento nos estágios iniciais em relação ao desenvolvimento de uma resistência de união imediata e sua relação com os valores máximos observados.

Em 2006, Dutra-Corrêa, Ribeiro e Cunha avaliaram a propriedade mecânica de resistência à flexão de 4 cimentos resinosos duais: Enforce F, Variolink II, Bistite II DC e Panavia F. Para tanto, foram confeccionados 40 corpos-de-prova ($n=10$) de 9 x 1 x 1mm, através de uma matriz metálica. O cimento resinoso foi levado à matriz em incremento único até o total preenchimento da matriz. Após a fotopolimerização, os espécimes foram armazenados em água destilada à 37°C por 24 horas. Em seguida, em cada grupo foi realizado o ensaio mecânico de resistência à flexão de 3 pontos, com uma célula de carga de 50 Kgf, a uma velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram registrados em MPa, e analisados estatisticamente pelo método de análise de variância e pelo teste de Tukey (5%). Foi observado que os cimentos Bistite II DC e Panavia F apresentaram médias de resistência à flexão significativamente maiores do que os cimentos Variolink II e Enforce F.

Em 2006, Pisani-Proença *et al.* avaliaram a resistência à microtração (μ TBS) de 3 cimentos resinosos a uma cerâmica a base de dissilicato de lítio submetida a 2 tipos de condicionamento de superfície. Foram confeccionados 18 blocos cerâmicos (IPS-Empress2) de acordo com as instruções do fabricante e duplicados em resina composta (Tetric Ceram). Os blocos cerâmicos foram polidos e divididos em 2 grupos ($n=9$) submetidos ao tratamento: não condicionados ou condicionados com AFL 5% (20 segundos) e silanizados (1 minuto). Os mesmos foram cimentados, de acordo com as recomendações do fabricante, aos blocos de resina composta com 3 cimentos resinosos: Rely X Unicem; Multilink; e Panavia F. Os espécimes foram armazenados à 37°C por 7 dias e em seguida seccionados produzindo 25 palitos por grupo, com aproximadamente 1mm² de área. Os palitos sofreram termociclagem (5.000 ciclos, 5^o-55°C) e foram testados a 1mm/minuto. A resistência à microtração (MPa) foi analisada por ANOVA e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). As superfícies fraturas dos palitos foram examinadas com um microscópio óptico (40X) e classificadas em adesiva, mista ou coesiva. O fator de condicionamento de superfície foi significativo ($P<0,0001$). Considerando o grupo não condicionado, o Rely X ($9,6 \pm 1,6$ MPa) foi significativamente mais resistente do que o Multilink ($6,2 \pm 1,2$ MPa) e o Panavia F ($7,4 \pm 1,9$ MPa). Falhas espontâneas após os ciclos térmicos foram observadas quando o agente de união foi aplicado à superfície cerâmica sem tratamento. Constatou-se que o condicionamento e a silanização são tratamentos fundamentais para união da resina à cerâmica a base de dissilicato de lítio, independente do cimento resinoso utilizado.

Em 2009, Oyagüe *et al.* avaliaram o efeito do condicionamento da superfície na resistência de união entre uma cerâmica de óxido de zircônia e cimentos resinosos duais. Foram confeccionados 18 cilindros de cerâmica de óxido de

zircônia (Cercon Zirconia, Dentsply) que foram tratados: jateamento de óxido de alumina 125 μ m (Al₂O₃); cobertura com sílica utilizando partículas de Al₂O₃ 50 μ m modificadas por sílica; sem tratamento. Cada cilindro cerâmico foi duplicado em resina composta (Tetric Evo Ceram, Ivoclar-Vivadent) utilizando um molde de silicone. Os cilindros de resina composta foram unidos às cerâmicas condicionadas utilizando: Calibra (densply Caulk); Clearfil Esthetic Cemente (Kuraray); Rely X Unicem (3M ESPE). Após 24 horas, os espécimes usinados foram cortados e submetidos ao teste de microtração. Os dados foram analisados utilizando ANOVA e test Student para múltiplas comparações (P<0,05). Os modos de falha foram avaliados e a morfologia da interface de falha dos espécimes foi observada utilizando MEV. A topografia da superfície e a rugosidade superficial da cerâmica foram analisadas em um microscópio de força atômica. Ocorreram mudanças significativas na rugosidade superficial da zircônia após o jateamento (P<0,001). A força de união entre o cimento resinoso Clearfil e a zircônia foi significativamente maior do que do Rely X Unicem e Calibra, independente do tratamento de superfície (P<0,001). Quando utilizado o Calibra, ocorreram falhas prematuras nos grupos com cobertura de sílica e não tratado. O cimento resinoso contendo monômero fosfatado (Clearfil Esthetic Cemente) é recomendado para união das cerâmicas de zircônia e o tratamento de superfície não é necessário.

Rodríguez *et al.* (2010) realizaram uma pesquisa com o objetivo de avaliar a resistência de união entre diferentes cimentos resinosos e duas cerâmicas a base de óxido de alumínio. Cento e dez cilindros cerâmicos foram confeccionados e submetidos a quatro diferentes tratamentos de superfície. Em seguida, foram cimentados a cilindros de resina composta com diferentes cimentos resinosos. A resistência de união foi verificada por meio do teste de cisalhamento ao ponto de

ruptura. Todos os dados foram analisados pelo teste de Kruskal-Wallis para mais de duas amostras independentes e pelo teste de Bonferroni ($\alpha=0,01$). Foi realizada microscopia óptica para analisar o tipo de falha, e MEV para análise das mudanças produzidas na cerâmica pelos tratamentos de superfície. De acordo com os resultados encontrados, os melhores valores correspondiam ao grupo controle, composto de cerâmica de silicato combinado com o cimento resinoso Variolink II. Para In Ceram-Alumina não foram encontradas diferenças significativas em relação ao tipo de cimento aplicado. Os autores concluíram que o tratamento de superfície modifica a superfície da cerâmica e influencia na resistência de união, assim como o tipo de cimento utilizado.

2.3 AGENTE DE UNIÃO SILANO

A resistência e a durabilidade da união entre o cimento resinoso e a restauração cerâmica seriam diretamente influenciadas pela natureza desta união. O condicionamento com HF, apesar de efetivo, não parecia ser suficiente para garantir o sucesso clínico dos trabalhos cimentados adesivamente. A aplicação de um agente Silano na superfície cerâmica mostrava-se uma alternativa por propiciar uma união química entre os substratos. Entretanto, não estava clara a necessidade de sobreposição do tratamento químico ao mecânico da cerâmica a ser aderida, o que levou Özden *et al.* (1994) a avaliarem o efeito do tratamento superficial de uma cerâmica feldspática (Ivoclar) sobre a resistência de união ao cimento resinoso – CR (Opaque® dual cure, Vivadent), por cisalhamento. Setenta e sete espécimes

cerâmicos formaram 7 grupos que receberam: 1) S (Monobond-S®, Ivoclar); 2) HF 9,6% 10min, enxaguado 30s e seco com ar; 3) asperização com ponta adiamantada – A; 4) A + HF + S; 5) A + S; 6) HF + S; 7) A + HF. Um bloco do CR foi então confeccionado e fotoativado sobre a cerâmica, ficando os CP armazenados em água destilada 37°C por 24h e posteriormente submetidos à termociclagem (10000 ciclos entre 6°C e 60°C). Observou-se que a utilização de dois tratamentos mecânicos previamente à silanização (A + HF + S) gerou valores de resistência de união mais baixos que os observados quando o Silano foi aplicado sobre a cerâmica apenas asperizada, sugerindo que esta prática apenas consome maior tempo clínico. A silanização apenas foi mais efetiva que sua sobreposição ao condicionamento com HF. Observou-se que as retenções micromecânicas não foram suficientes para promover uma adesão adequada, observada apenas após a aplicação do Silano.

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 silicóna 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.

Roulet *et al.* (1995) levantaram a hipótese de que os vários tipos de tratamento de superfície poderiam afetar a resistência de união na interface cerâmica / compósito em *inlays* cerâmicas de maneira diferente. A influência da composição do material, o método para promover rugosidade de superfície, o tratamento com Silano, a silanização associada ao aquecimento e as condições de armazenagem sobre a resistência de união foram investigados neste estudo. Três cerâmicas foram utilizadas: A) Dicor[®] (Dentsply); B) Mirage[®] (Mirage); C) Vitablock[®] (Vita Zahnfabrik) e três métodos de tratamento de superfície: 1) abrasão

com lixa de Carbetto de Silício granulação 600; 2) JOA com partículas de 50µm; 3) condicionamento com Bifluoreto de Amônia (BFA) gel à 10% para o grupo A; ou condicionamento com Ácido Fluorídrico (HF) gel à 10% para os grupos B e C; três grupos de Silano (soluções à base de etanol manipuladas imediatamente antes do uso): a) 2,5%vol. γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS); b) 2,5%vol. MPS + 0,5%vol. N,N dimetilparatoluidina; c) 2,5%vol. viniltriclorosilano (VTC). Os espécimes foram então silanizados e secos: 1) em temperatura ambiente por 60s; 2) jato de ar quente (Heat Gun) a $100 \pm 5^\circ\text{C}$ por 60s e resfriados até a temperatura ambiente antes da aplicação da resina fluida fotoativada (Experimental Enamel Bond, Dentsply). Amostras de cerâmica de diâmetro menor foram fixadas às maiores, utilizando-se cimento resinoso de dupla ativação (Dual Cement®, Vivadent). Todos os 540 espécimes foram armazenados secos por 24 horas em temperatura ambiente. Cinco dos dez espécimes por grupo foram então submetidos ao ensaio de cisalhamento, sendo os remanescentes colocados em uma vasilha plástica com água, onde ficaram por 12 meses à 37°C . O condicionamento ácido foi o procedimento mais efetivo na promoção de uma integridade adesiva retentiva e eficiente, não se alterando em função do armazenamento em água. Os menores valores foram observados para as amostras asperizadas, sendo que estas e as jateadas tiveram sua resistência diminuída em 75% e 50%, respectivamente, após armazenamento em água. O efeito da textura superficial na resistência à fratura sugeriu que a retenção mecânica obtida pela infiltração da resina nas cavidades superficiais microscópicas era o fator chave no procedimento de adesão dos materiais cerâmicos. Quanto ao agente Silano, o VTC foi associado aos maiores valores de resistência de união. A adição do N-paratoluidina ao MPS reduziu a resistência adesiva, sugerindo que esta molécula competiria com o MPS quando

reage com os grupos Silanol na superfície da cerâmica. O tratamento térmico a 100°C por 60 segundos na superfície tratada com MPS dobrou a resistência de união ao cisalhamento, o que poderia ser atribuído à eliminação de água e outros contaminantes, possibilitando a formação de uma ligação covalente Silano-sílica. Essa evaporação também aumentou o número de sítios de união disponíveis para reagir com o Silano. O MPS modificado e o VTC não apresentaram variação sob aplicação do calor, sendo que o VTC teve o melhor resultado quando seco à temperatura ambiente.

Segundo DeGoes (1998), 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. Dessa forma, o seu uso aumenta a resistência de união na interface sem comprometer a resistência da porcelana. 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.

O aumento da utilização de restaurações cerâmicas levou à necessidade de um sistema adesivo adequado para cimentação e reparo das porcelanas. Os primeiros sistemas de reparo de porcelanas baseavam-se na retenção mecânica associada à aplicação de um agente de união silano, como preparo químico para a adesão. Discutiu-se, entretanto, a efetividade dos agentes silanos, questionando-se sua curta vida útil, baixa estabilidade química e durabilidade em meio úmido. No intuito de avaliar o efeito do armazenamento em água sobre a silanização da

porcelana unida à resina, Berry *et al.* (1999) avaliaram CP imersos em água por períodos entre 24 horas e 3 meses. Cento e sessenta espécimes de 12 x 12 x 2mm da cerâmica VMK68® (Vita) foram confeccionados, planificados e limpos em ultrassom, divididos em 4 grupos e subdivididos em 16 subgrupos com 10 espécimes em cada. Quatro marcas comerciais de agentes silano foram utilizadas, sendo dois sistemas de frasco único (Cerinate Prime® e Mirage One-mix®) e dois sistemas de dois frascos (Mirage Two-mix® e Fusion®). Após a silanização aplicou-se uma resina composta de dupla ativação (Mirage FLC®) e um cilindro de resina composta foi fotoativado por 2 minutos. Os CP de cada subgrupo foram armazenados em água à temperatura ambiente por períodos de 24 horas, uma semana, 1 mês ou 3 meses. Realizou-se ensaio mecânico de cisalhamento em máquina de ensaio universal Instron (0,5mm/min), registrando-se a força no momento do rompimento. Observaram-se as superfícies fraturadas sob aumento de 10 vezes para determinação do modo de fratura. Com exceção do Cerinate Primer® (de 4,38 para 8,46MPa), todos os grupos mostraram aumento estatisticamente significativo após uma semana, 1 mês e 3 meses de armazenamento comparado ao grupo controle de 24h (de 8,25 para 23,90MPa, em média). O modo de fratura foi predominantemente coesivo na porcelana. Sugeriu-se que a união entre os sistemas Mirage® e Fusion® e a porcelana foi mais química do que mecânica. Cerinate Primer® não demonstrou aumento estatisticamente significativo durante os períodos avaliados, com a maioria dos espécimes falhando adesivamente na superfície resina / cerâmica. O silano teria a habilidade de unir o Dióxido de silicose e vários metacrilatos por união de dupla ativação e um grupo funcional degradável. No estado ativo, o silano reage com os grupos OH da superfície da cerâmica, formando pontes siloxanas. Seu componente ácido melhora a formação dessas pontes, facilitando a adesão entre a resina

composta e a porcelana. A maior resistência de união inicial do Mirage Two-mix® (11,59MPa) pode ter sido devida à ação do componente ácido como acelerador no estágio inicial. O aumento da resistência com o tempo de imersão observado com Mirage One-mix® e Fusion® foi atribuído ao aumento da umidade na interface, que promoveria mais ligações cruzadas e maior densificação do silano ao compósito. Não se observou diferença estatisticamente significativa na melhora da resistência obtida com o Silano de um ou dois frascos. Concluiu-se que a resistência de união da resina composta à cerâmica resultante da silanização desta aumentou durante o período do experimento e foi variável para os diferentes Silanos utilizados.

Estudo realizado por Barghi, Berry e Chung(2000) avaliaram os efeitos do pós-intervalo de silanização e tratamento térmico na resistência ao cisalhamento de uma resina composta à uma porcelana(Vita VMK68). Cento e oitenta espécimes em forma de quadrado foram fabricados e polidos seqüencialmente até obtenção de uma superfície plana. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em seis grupos e 18 subgrupos de 10 espécimes cada. Foram utilizados experimentalmente três sistemas de silano comerciais disponíveis, incluindo um de dupla mistura de dois e sistemas único. Nenhum tratamento do silano foi utilizado nos espécimes controle. Os espécimes dos grupos experimentais foram selecionados para o tratamento térmico por 60 minutos a 60°C em um forno para porcelanas. Três intervalos de pós-silanização foram utilizados. Após a incubação, uma resina composta (Mirage FLC) foi colocada sobre a superfície silanizadas e fotoativada. Todos os espécimes foram armazenados à 37°C, em solução salina 2% por 1 semana e submetido ao teste de cisalhamento utilizando uma máquina Instron(5mm/min). ANOVA e Scheffe foi utilizado para analisar os dados com nível de significância de 95%. Os valores médios da resistência ao cisalhamento variaram de 2,8-23,3MPa. Todos os grupos

apresentaram resistência de união significativamente maiores do que o grupo controle nos períodos de 3 minutos, 24 horas e 1 semana de pós-silanização ($p < 0,05$). Os grupos do tratamento térmico registraram um aumento na resistência ao cisalhamento que foram significativamente maiores do que os valores de resistência à tração ($p < 0,05$). Em conclusão, a resistência de união da resina composta à porcelana após a silanização aumentou após o tratamento térmico e durante os períodos de pós-silanização. A resistência de união também variaram de acordo com os diferentes agentes de união silano testados neste estudo, especialmente no sistema de uma mistura.

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 $1\mu\text{m}$. 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 $1\text{mm}/\text{min}$. Um procedimento de união foi selecionado e utilizado para a comparação das quatro superfícies cerâmicas preparadas; $1\mu\text{m}$ polimento, glaseamento ($50\mu\text{m}$ alumina), condicionamento com AFL 10%, e glaseamento com condicionamento ácido. 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 um cerâmica termo-prensada. Foi testada a hipótese de que tanto a silanização quanto o condicionamento com ácido fluorídrico (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 ($50\mu\text{m}$). 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 – ácido fluorídrico por 20 segundos; G4 – nenhum tratamento. O adesivo Scotchbond® foi aplicado sobre a superfície e recoberto por resina composta. Os blocos foram então cortado ($n=25$) 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 2004, Hooshmand, Van Noort e Keshvad, desenvolveram um estudo onde investigaram o processo de hidrólise e estabilidade química de uma solução de

silano pré-hidrolisado armazenados por diferentes períodos de tempo. A resistência à tração da união resina composta-cerâmicas também foi avaliada a fim de determinar a eficácia funcional após o armazenamento da solução de silano pré-hidrolisado. Soluções de silano usando methacryloxypropyltrimethoxysilane-g (γ -MPTS), ácido acético e etanol foram preparadas na hora e mantida por 15 minutos, 2 horas, 24 horas, 1 semana, 1 meses, 6 meses e 1 ano. As soluções foram analisadas através de um espectrofotômetro de transformação Infravermelha de Fourier (FT-IR). Para o teste de resistência à tração, hastes de Ni/Cr foram preparadas com revestimentos cerâmicos polidos até 1 μ m. Cinco grupos de superfícies de cerâmica (n=60) foram tratados com as soluções de silano pré-hidrolisadas e cimentados com uma resina fluida. O processo usado para preparar as superfícies antes da cimentação consistiu na remoção do silano que não reagiu por água fervente e depois do tratamento térmico. Cada grupo foi subdividido em dois grupos (n=30) e armazenado sob duas diferentes condições antes de serem submetidos ao teste de resistência à tração: (1) seco à temperatura ambiente por 24 horas ou (2) em água fervente por 24 horas. A análise FT-IR mostrou que a hidrólise quase completa do γ -MPTS ocorreu 24 horas após a mistura, seguido de forma mais lenta pela formação de ligações siloxanas (Si-O-Si) oligoméricas. Os resultados dos testes mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa na força de adesão média à tração por qualquer um dos grupos, quer em condição seca ou em água fervente ($p>0,05$). O modo de falha para todos os grupos foi predominantemente coesivo na resina. A ligação do silano foi também capaz de resistir ao ataque hidrolítico, em água fervente, por todos os grupos. A partir dos resultados deste estudo pôde-se concluir que, ao utilizar um técnica de aplicação adequada do silano, a eficácia da solução de silano pré-hidrolisado à base de γ -

MPTS, ácido acético e etanol não se deteriora, quando armazenado por até um ano em temperatura ambiente.

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-propyl-trimetoxy-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 de 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, ensaios 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 1µm, (2) jateamento com Al₂O₃ 50µm, (3) condicionamento com AFL 10% por 2 minutos e (4) jateamento com Al₂O₃ 50µm 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 G_{IC} 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 ácido AFL na cerâmica quando um processo de aplicação adequado de silano é utilizado.

Em 2009, Pallavicini *et al.*, realizaram um estudo com o objetivo de avaliar por espectroscopia a eficiência da funcionalização de superfície com uma monocamada automontada de mercaptopropiltrimetoxissilano (MPTS) nas lâminas de vidro,

através da reação de molhamento do MPTS, a fim de determinar um método otimizado para obter uma densa camada do grupo –SH para subsequente reação com as moléculas de maleimida. Mostraram que a densidade da superfície reativa dos grupos –SH pode ser questionada pela reação de acoplamento com a maleimida, funcionalizada pelo corante rodamina através da análise dos espectros de absorção das lâminas de vidro. A reação dos MPTS em tolueno seco dá uma superfície mais densa de tióis reativos, entre os protocolos examinados. Mostram também que o tratamento térmico das lâminas funcionalizadas com o MPTS induz o acoplamento tiol e a formação do grupo –S-S- resultando em uma drástica redução da disponibilidade do grupo –SH.

Em 2009, 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: ácido fluorídrico a 9,5% por 1 minuto + silano; G2: silano sozinho; G3: ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico.

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 2 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 ± 5°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.

Em 2010, Xie *et al.* fizeram uma revisão de literatura acerca do uso do silano como agente de união usado para compósitos poliméricos. Esses compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais (NFPCs) conquistam os consumidores com mais alternativas no mercado de materiais devido as suas vantagens exclusivas. Adesões pobres na interface fibra-matriz podem afetar negativamente as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos resultantes da incompatibilidade entre as superfícies de fibras naturais hidrofílicas e polímeros não polares. A variedade de silanos tem sido aplicada como agentes de união para NFPCs na promoção de uma interface de adesão e melhorar as propriedades dos compósitos e nesse estudo, abordam o recente progresso no uso do silano como agente de união, resume a efetividade das estruturas do silano de acordo com o seu tipo, esclarece os mecanismos de interação entre as fibras naturais e as matrizes polímero e

apresenta os efeitos mecânicos do tratamento com o silano e o desempenho dos compósitos resultantes.

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 – ácido fluorídrico (AFL) 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.

2.4 ENSAIOS MECÂNICOS

Van Noort *et al.* (1989) estudaram a distribuição de tensões na interface dentina/adesivo/resina composta, em ensaios de tração e de cisalhamento, empregando a análise por elementos finitos. Para tanto, partiram de uma configuração básica onde um corpo-de-prova de resina medindo 6mm de altura por 6mm de largura foi aderido à uma superfície plana de dentina e assim, acoplado a um programa de computador, submetido ao estudo dos elementos finitos. Os resultados apontaram para uma distribuição não uniforme de tensões na interface, a qual se modificou conforme a alteração na geometria do teste. Os autores registraram alguns aspectos importantes para a variabilidade das medidas de resistência, especialmente no ensaio de cisalhamento: a) modo de aplicação de força; b) módulo de elasticidade da resina composta; c) presença de excesso adesivo. Concluíram que as discordâncias nos valores de resistência entre os estudos foram justificadas pela ausência de padronização e insuficiente esclarecimento dos detalhes dos ensaios, invalidando qualquer comparação entre os referidos ensaios. Sugeriram que os testes fossem acompanhados de análise de distribuição de tensões para interpretação confiável dos valores de resistência adesiva.

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 influenciaram 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

2,31mm² 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 1,6mm² e 1,8mm², 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.

As causas da incidência de falhas do tipo coesiva em dentina nos ensaios de cisalhamento foram discutidas por Versluis, Tantbirojn e Douglas (1997), que desenvolveram um modelo experimental teórico (elemento finito) o qual permitiu classificar quantitativamente e qualitativamente as tensões na interface adesiva entre dentina/adesivo/resina composta. Este modelo virtual foi comparado com um experimento paralelo de resistência da união ao cisalhamento, analisando também o modo de fratura. No cruzamento dos resultados obtidos nos experimentos, foi confirmado que as fraturas coesivas em dentina aconteceram em decorrência da

mecânica do teste, que desenvolvia tensões não uniformes na interface. A simulação indicou que os valores de resistência ao cisalhamento poderiam não representar a real união, pois, pareciam estar governados mais em função da resistência coesiva da dentina que da união adesiva.

Em 1998, Phrukkanon, Burrow e Tyas investigaram o efeito do formato e da área da superfície adesiva sobre a resistência à microtração. Para esse estudo, o terço oclusal de dentes molares foi seccionado e posteriormente, os mesmos foram divididos longitudinalmente: a) uma metade para os corpos-de-prova cilíndricos; b) outra para os corpos-de-prova de formato retangular. A dentina exposta na superfície oclusal foi tratada com diferentes sistemas adesivos e restaurada com resina composta. Este conjunto foi fatiado em diversos corpos-de-prova, observando que os corpos-de-prova cilíndricos foram usinados na zona adesiva, formando uma secção circular (formato de ampulheta); nos corpos-de-prova retangulares, a zona adesiva foi reduzida formando uma secção retangular (formato de altere), ambos com áreas de $1,1\text{mm}^2$, $1,5\text{mm}^2$ e $3,1\text{mm}^2$. As amostras foram acopladas em garras e ensaiadas a velocidade de $1\text{mm}/\text{minuto}$. Os resultados mostraram que não houve nenhuma diferença estatística entre os corpos-de-prova com secção circular e retangular e que os valores de resistência dos corpos-de-prova com $1,1\text{mm}^2$ foram significativamente maiores que aqueles com $3,1\text{mm}^2$ em todos os grupos e semelhantes aos corpos-de-prova com $1,5\text{mm}^2$. Na análise de elementos finitos, as amostras com áreas menores distribuíram mais uniformemente as tensões na união que as amostras de maiores áreas, comprovadas pela incidência de falhas adesivas. Os autores concluíram que os corpos-de-prova com áreas de $1,1\text{mm}^2$ e de $1,5\text{mm}^2$ comportaram-se de forma semelhante em referência às resistências, modo de falha e distribuição das tensões e que, o formato teve influência insignificante.

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.

Em 1999, Shono *et al.* desenvolveram uma versão alternativa para a metodologia de microtração proposta por Sano *et al.* em 1994 (amostras em formato de ampulheta). Nesta nova técnica, o esmalte oclusal dos dentes foi removido e o sistema adesivo/resina composta foi aplicado sobre a dentina exposta. Com disco especial, cada dente era seccionado verticalmente obtendo-se uma fatia da porção mediana com espessura de 1mm, a qual foi novamente recortada em seções de 1mm, resultando em amostras retangulares com dimensões de 1 x 1 x 8mm (área adesiva de $\pm 1\text{mm}^2$). Para o ensaio, cada uma das extremidades da amostra foi fixada com adesivo cianoacrilato em dispositivo, considerando que permaneceu livre apenas a porção média da amostra correspondente a zona adesiva. Finalmente este dispositivo foi acoplado na máquina de ensaio universal para submeter à força de tração. Imediatamente depois de realizado o ensaio, a área adesiva foi medida com paquímetro digital. Conforme a análise estatística e discussão dos resultados, os autores advogaram que essa nova proposta de microtração resultou em valores de resistência semelhante aos trabalhos de Sano *et al.* (1994).

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 mais silano; e) G5 - APF mais 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.

Em 2004, Goracci *et al.* verificaram se o substrato, forma, ou espessura dos espécimes de microtração teriam influência significativa na resistência de união. Foram utilizados 64 molares extraídos que originaram os espécimes de microtração,

que foram preparados em esmalte e dentina, em diferentes formas e espessura. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 16 grupos (n=4). Os grupos 1-8 eram espécimes em forma de ampulheta. Nos grupos 1-4 os espécimes foram preparados em esmalte e área adesiva era 0,5mm², 1mm², 1,5mm² e 2mm² respectivamente. Na mesma espessura, os grupos 5-8 foram preparados em dentina. Os grupos 9-16 incluem os espécimes obtidos pela técnica da não-poda. Os grupos 9-12 foram feitos em esmalte e avaliados em 4 espessuras distintas. No mesmo formato e espessura, mas feito em dentina, consistiu os grupos 13-16. Foi feita a utilização de MEV para 2 espécimes de cada grupo. Os outros foram submetidos ao teste de microtração. O substrato, forma e espessura dos espécimes obtiveram um efeito significativo na força de união (P<0,05). As diferenças mais altas de união foram encontradas no substrato e na espessura. Todas as forças de união decaíram com o aumento da espessura. O estudo constatou que a escolha de espécimes em forma de ampulheta é preferível com área de secção transversal não excedendo as dimensões de 1mm².

Em 2006, Silva *et al.* testaram a hipótese de redução da resistência de união quando a força de tração fosse aplicada à interface adesiva preparada a 10°, 20° e 30° graus. Para avaliar o efeito do ângulo de união e espessura da camada adesiva sobre níveis de estresse dentro do conjunto foi utilizado o AEF. Foram selecionados 24 terceiros molares não-cariados. O esmalte oclusal foi removido e polido perpendicular ao longo eixo do dente. O Clearfil SE Bond e Single Bond foram aplicados sobre a dentina. Uma restauração com a resina Z100 de 4mm foi construída. Os dentes foram seccionados a 10°, 20° e 30° da interface adesiva (n=3). O grupo controle (n=3) tinha todos os cortes paralelos ao eixo longitudinal do dente (0° ângulo de união). Os valores de união foram calculados em MPa e ANOVA e teste de Tukey foram aplicados. AEF foi realizado (1mm/lateral quadrada

espécimes) para obter o estresse principal máximo no modelo de microtração com diferentes espessuras de adesivo (20 a 200mm). A força de união diminuiu com o aumento do ângulo da interface ($P < 0,05$) para o Clearfil SE Bond entre 0° (controle) e 30° , e para o Single Bond entre 0° (controle), 10° , 20° e 30° . A hipótese pode ser aceita para o Single Bond e parcialmente aceita para Clearfil SE Bond. Para a AEF, o estresse principal máximo aumentou à medida que aumentou o ângulo de união.

Em 2007, Dündar *et al.* compararam os métodos de resistência ao cisalhamento e o teste de microtração para cerâmicas de núcleo e de superfície entre 4 tipos de sistemas cerâmicos. As 4 diferentes combinações de cerâmicas de superfície e núcleo eram: cerâmica reforçada com leucita (Empress1, Ivoclar), cerâmica reforçada com pouca leucita (Finesse, Ceramco), infiltradas por alumina (In-Ceram Alumina, Vita) e dissilicato de lítio (Empress2, Ivoclar). Os núcleos cerâmicos ($n=40$, $n=10$ /Teste SBS; $n=5$ blocos/ teste microtração) foram confeccionados de acordo com as recomendações do fabricante (por cisalhamento: 3×5 mm; por microtração: $10 \times 10 \times 2$ mm) e limpos em ultrason. As cerâmicas de superfície (espessura: 2mm) foram vibradas, condensadas e aquecidas juntamente com a cerâmica de núcleo. Após os menores ajustes as cerâmicas foram novamente limpas em ultrason e embebidas em PMMA. Os espécimes foram estocados em água destilada à 37°C por uma semana e os testes de força de união foram realizados em uma máquina de ensaio universal (1mm/min). Diferenças significativas entre os métodos de teste e os tipos cerâmicos foram observadas ($P < 0,05$) (ANOVA, Tukey e Bonferroni). Os valores de cisalhamento para cerâmicas de superfície de dissilicato de lítio foram significativamente maiores (41 ± 8 MPa) do que para as cerâmicas com pouca leucita (28 ± 4 MPa), infiltradas por alumina (26 ± 4 MPa) e reforçadas com leucita (23 ± 3 MPa). Já no teste de microtração para cerâmicas

reforçadas com pouca leucita foram encontrados valores significativamente maiores ($15 \pm 2\text{MPa}$) do que para cerâmicas reforçadas com leucita ($12 \pm 2\text{MPa}$), infiltradas por alumina ($9 \pm 1\text{MPa}$) e dissilicato de lítio ($9 \pm 1\text{MPa}$) (ANOVA, $P < 0,05$). Ambos os métodos testados e as diferentes composições químicas das cerâmicas de núcleo e superfície influenciaram a força de união.

Pekkan et al (2009) avaliaram a resistência de união ao cisalhamento e à tração de 2 sistemas cerâmicos à dentina humana, utilizando 3 sistemas resinosos duais. A superfície lingual de 120 terceiros molares hígidos extraídos foram preparadas no longo eixo dental. Foram unidos 20 espécimes com cada cimento resinoso: Nexus 2; Duo Link; e Variolink II, com seus respectivos sistemas adesivos. Todos os espécimes foram imersos em água destilada à 37°C por 1 semana, após submetidos a 500 ciclos térmicos à 5°C e 55°C em água. Os testes de cisalhamento e tração foram realizados em 10 espécimes de cada grupo. As superfícies fraturadas foram inspecionadas por MEV. As análises estatísticas foram avaliadas utilizando ANOVA juntamente com teste de Duncan e Mann-Whitney para os dois sistemas cerâmicos ($\alpha = 0,05$), Diferenças significativas foram observadas entre os valores dos testes de cisalhamento e tração nos sistemas adesivos utilizados ($P \leq 0,05$). O cimento Duo-Link obteve os maiores valores de resistência, enquanto Nexus 2 revelou os menores valores para resistência de união. Os modos de falha foram mistos na interface de dentina e/ou coesiva em dentina. O agente de cimentação/sistemas adesivos pode influenciar na adesão aos tecidos dentinários. Ativadores de polimerização duais podem ter um efeito negativo na polimerização de agentes adesivos.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a influência do tipo de tratamento térmico de diferentes agentes de união silano na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

As marcas, fabricantes, composições químicas e números de lote dos materiais utilizados neste estudo estão listadas na Tabela 1.

Tabela 1 - As marcas, fabricantes, composições químicas e números de lote dos materiais utilizados neste estudo.

Marca	Fabricante	Composição química	Número do lote
W3D MASTER	Wilcos of Brazil, Rio de Janeiro, Brasil	Monômeros à base de metacrilato 23.7w%, sílica, vidro de silicato e flúor contendo cargas 75.6w%, catalisadores de polimerização 0.6w%, pigmentos inorgânicos 0.1 w%	002051
Vita VM7	Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany	Óxido de sílica, óxido de alumínio, óxido de lantânio, óxido de magnésio, óxido de zinco, monóxido de potássio, pigmentos inorgânicos	11040
Porcelain Conditioner	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	9.6% Ácido Fluorídrico	11040
Rely X Ceramic	3M ESPE, St. Paul, New Mexico, EUA	3-Methacryloxypropyl trimethoxy silane, etanol	117039

Primer			
Clearfil Ceramic Primer	Kuraray Medical Inc., Tokyo, Japan	3-Methacryloxypropyl trimethoxy silane, 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate(MDP), etanol	61182
Panavia F2.0	Kuraray Medical Inc., Tokyo, Japan	Vidro de barrio silanizado, silica silanizada, fluoreto de sódio com superfície tratada, polietóxi dimetacrilato bis-fenol, MDP, dimetacrilato hidrofóbico, dimetacrilato hidrofílico, peróxido de benzoíla, sulfato sódico aromático, N-dietanol p-toluidina, fotoiniciador	61187

4.2 CONFECÇÃO DOS BLOCOS EM CERÂMICA

Inicialmente, foi confeccionado um padrão de resina acrílica com dimensões de 6 x 8 x 8mm a partir do qual foram obtidos blocos de cerâmica com as mesmas medidas para todos os grupos. O padrão de resina acrílica foi moldado com a massa densa da silicona de adição (Elite HD, Zhermach, Badia Polesine, Itália). O molde foi isolado com óleo mineral. O pó VITA VM7 Dentin 5M2 e o líquido modelador (Modeling Liquid for Vita VM7) foram manipulados, conforme as instruções do fabricante, e a massa cerâmica, com o auxílio de uma espátula, posteriormente inserida em pequenas porções e condensada dentro do molde de silicone e vibrada

manualmente para melhor assentamento até completar todo o espaço do molde. O excesso de líquido modelador foi removido com papel absorvente macio. O bloco cerâmico, então, foi removido do molde. Ao final, obteve-se 72 blocos da cerâmica VITA VM7 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany), a partir de um único molde, os quais foram sinterizados sobre base refratária no forno Vacumat (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) seguindo os ciclos de queima recomendados pelo fabricante (Apêndice). Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é em torno de 20%, os blocos pós-sinterização tiveram dimensões aproximadas de 4,8 x 6,4 x 6,4mm. As superfícies internas de cada bloco sofreram uma verificação radiográfica a fim de observar possíveis falhas no interior do corpo e a constatação dos mesmos determinou a sua exclusão do estudo. Posteriormente, os excessos de cerâmica das amostras foram removidos com discos de diamante em baixa rotação. A superfície de colagem foi planificada manualmente, com umedecimento constante com água, empregando lixas d'água de granulações nº 600, 800, 1000, 1200 e submetidas à limpeza em ultra-som (Cristófoli, São Paulo, Brasil) com água deionizada por 5 minutos (CARVALHO *et al.*, 2011).

4.3 CONFECÇÃO DOS BLOCOS EM RESINA

Primeiramente, 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 ficasse 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 inseriu-se a resina composta microhíbrida (W3D MASTER – Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil) em incrementos de 2mm e cada incremento foi fotoativado por 40 segundos (Ultra LED-Ultradent - Fotoativador Optilux 501 - Demeton, Kerr, Orange, USA - 850 mW/cm²) até preenchimento do molde, obtendo-se um bloco de resina composta microhíbrida (6,4 x 6,4 x 4,8mm) 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. Anteriormente à fotoativação, realizou-se a aferição da potência de luz do aparelho fotoativador com o radiômetro DC-7 (Ecel, Ribeirão Preto, Brasil).

4.4 DETERMINAÇÃO DOS GRUPOS DO ESTUDO

Em seguida, os blocos foram divididos em 12 grupos (n=25) de forma aleatória e submetidos às seguintes sequências de condicionamento:

Grupo 1: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano Clearfil Ceramic Primer (CCP) + Panavia F

Grupo 2: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano CCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F

Grupo 3: Silano CCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F

Grupo 4: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano CCP + Tratamento térmico(ar quente) + Panavia F

Grupo 5: Silano CCP + Tratamento térmico(ar quente) + Panavia F

Grupo 6: Silano CCP + Panavia F

Grupo 7: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano Rely X Ceramic Primer (RCP) + Panavia F

Grupo 8: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano RCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F

Grupo 9: Silano RCP + Tratamento térmico(forno) + Panavia F

Grupo 10: Ácido Fluorídrico 9,6% + Silano RCP + Tratamento térmico (ar quente) + Panavia F

Grupo 11: Silano RCP + Tratamento térmico(ar quente) + Panavia F

Grupo 12: Silano RCP + Panavia F

Os blocos cerâmicos dos grupos 1, 2, 4, 7, 8 e 10 foram condicionados com ácido fluorídrico 9,6% (Condicionador de Porcelanas - Dentsply, Brasil) por 20 segundos, em seguida foram 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).

A superfície de colagem dos blocos cerâmicos referentes aos grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6 receberam a aplicação do agente de união silano pré-hidrolisado com MDP (Clearfil Ceramic Primer - Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan) que foi completamente seco com jato de ar para que se prosseguisse com a cimentação, como preconizado pelo fabricante.

A superfície de colagem dos blocos cerâmicos referentes aos grupos 7, 8, 9, 10, 11 e 12 receberam a aplicação do agente de união silano pré-hidrolisado sem MDP (Rely X Ceramic Primer - 3M ESPE, St. Paul, EUA) que foi completamente seco com jato de ar para que se prosseguisse com a cimentação, como preconizado pelo fabricante.

Os blocos cerâmicos dos grupos 2, 3, 8 e 9 foram colocados 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 (HOOSHMAND, VAN NOORT, KESHVAD, 2002).

Os blocos cerâmicos dos grupos 4, 5, 10 e 11 foram submetidos ao ar quente de um secador Gradiente (Gradiente, São Paulo, Brasil) sob a temperatura de $50^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante 1 minuto para que o tratamento térmico fosse realizado (HOOSHMAND, VAN NOORT, KESHVAD, 2002). O secador foi posicionado em uma base plástica localizada a 30 centímetros do bloco, para uma padronização das amostras.

4.5 CIMENTAÇÃO DA CERÂMICA À RESINA COMPOSTA

Depois de concluídos os tratamentos na superfície da cerâmica, os segmentos cerâmicos foram unidos aos de resina composta com cimento resinoso dual Panavia F (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan), manipulado segundo as recomendações do fabricante e aplicado com uma espátula plástica sobre a superfície já tratada de cada segmento cerâmico.

O conjunto cerâmica-resina composta foi posicionado em um delineador adaptado para cimentação com a superfície de cimentação perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g utilizada durante 10 minutos (CARVALHO *et al.*, 2011). Após o posicionamento do conjunto cerâmica-cimento-resina composta os excessos de cimento foram removidos e foi realizada a fotoativação por 40 segundos em cada margem da linha adesiva utilizando uma

unidade fotoativadora, totalizando uma energia de $144\text{J}/\text{cm}^2$ (Ultra LED- Ultradent - Fotoativador Optilux 501 - Demeton, Kerr, Orange, USA - $900\text{ mW}/\text{cm}^2$).

Os conjuntos cerâmica-cimento-resina composta foram lavados com jato de ar-água e armazenados em água destilada à 37°C durante sete dias até a preparação das amostras (HOOSHMAND, VAN NOORT, KESHVAD, 2002).

4.6 PREPARO DOS CORPOS DE PROVA

Para o ensaio de microtração, cada conjunto cerâmica-cimento-resina composta foi fixado com adesivo cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite Ltda., São Paulo, Brasil) em uma placa adaptada ao dispositivo de corte da Isomet® 1000 (Buehler, Illinois, U.S.A.). Os cortes foram realizados com disco diamantado ($15.2 \times 0.5\text{mm}$) (Buehler, New York, USA) em baixa rotação (200rpm) sob irrigação abundante e carga de 100kgf , da resina para a cerâmica, de tal forma que se obtivessem fatias de aproximadamente 1 mm de espessura (PEREIRA, 2010). 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). Cada conjunto de cerâmica-cimento-resina composta deu origem a cinco amostras que apresentaram as seguintes características: formato retangular, secção transversal quadrangular-simétrica, área adesiva de $1 \pm 0,05\text{ mm}^2$ e comprimento de 8 mm (ÖZCAN, *et al.* 2009).

4.7 ENSAIO MECÂNICO DE MICROTRAÇÃO

Primeiramente a área de todas as amostras foi mensurada 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 tração (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 tração, cada amostra (área reduzida e padronizada) foi fixada às garras de um paquímetro, adaptado para este teste, com cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite Ltda., São Paulo, Brasil), de forma que apenas as extremidades da amostra estivessem envolvidas. Assim, a interface adesiva permaneceu no espaço livre entre as garras do paquímetro. Em seguida, o paquímetro contendo a amostra foi posicionada 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 estivesse perpendicular à célula de carga de 10 Kgf, evitando forças de torção na zona adesiva. Cada amostra foi submetida à microtração com velocidade de 1 mm/minuto até o rompimento da união (CARVALHO *et al.*, 2011). Falhas pré teste foram verificadas, por grupo, e consideradas como 0 MPa.

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), coesiva (cimento resinoso) ou mista (zona adesiva e cimento resinoso).

Para visualização do modo de falha em MEV (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japan) com aumentos de 150 vezes, foram obtidas microamostras representativas de cada grupo para ilustração.

Vinte e quatro blocos cerâmicos adicionais foram distribuídos igualmente entre os grupos do estudo para análise da topografia nas diferentes condições experimentais por MEV e EDS. Observou-se superfícies cerâmicas em MEV (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japan) em aumentos de 500X e 2000X no modo de baixo vácuo com pressão de 40 MPa e foram realizadas no modo de elétrons secundários com 20 kV de voltagem de aceleração e com uma distância de trabalho de 15 mm. A análise dos elementos químicos presentes nos substratos cerâmicos foi feita pela técnica de EDS. A técnica EDS é baseada na análise das energias características de raios-X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Os resultados quantitativos foram avaliados pelo teste paramétrico ANOVA (One-way) e pelo teste de Tukey com nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

Para comparação da resistência de união entre as variáveis presente no estudo (ácido fluorídrico, tratamento térmico e silano) foi realizado os testes ANOVA e Tukey com nível de significância de 5% (Figura 1, Figura 2 e Figura 3).

Médias de resistência de união (Mpa)

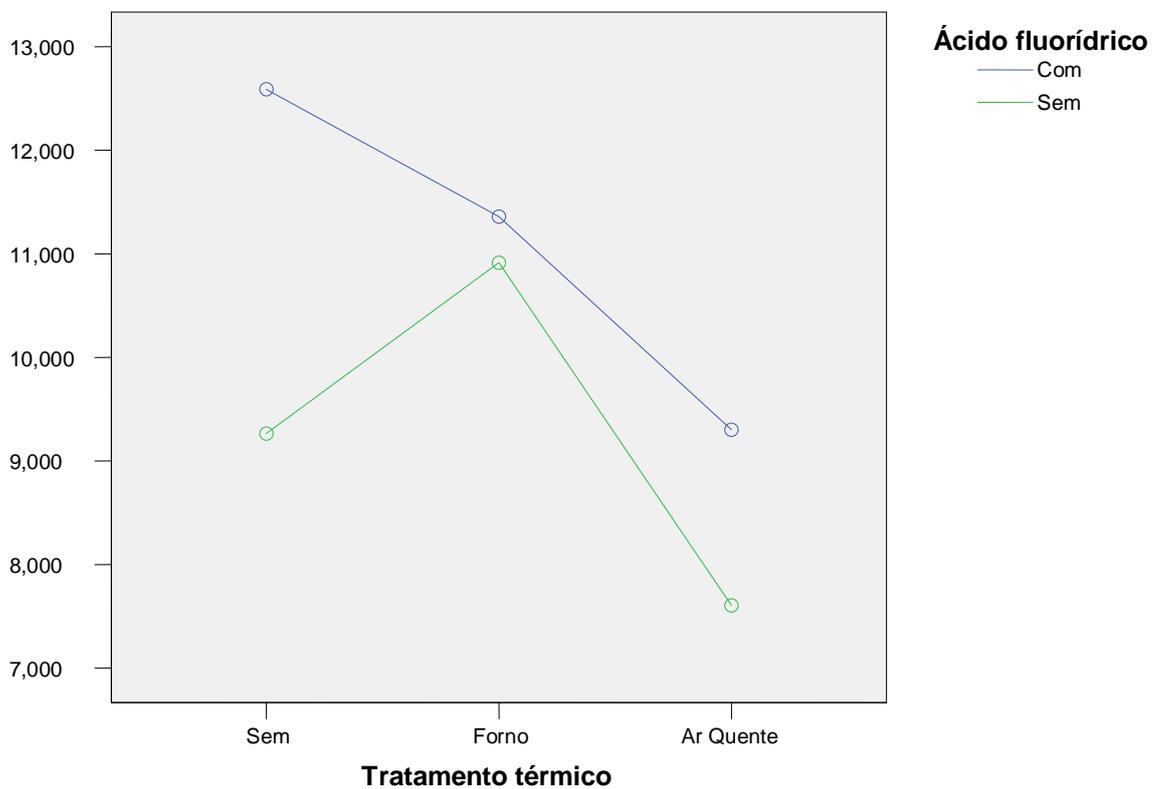


Figura 1 - Gráfico comparativo entre as variáveis Ácido fluorídrico e Tratamento térmico

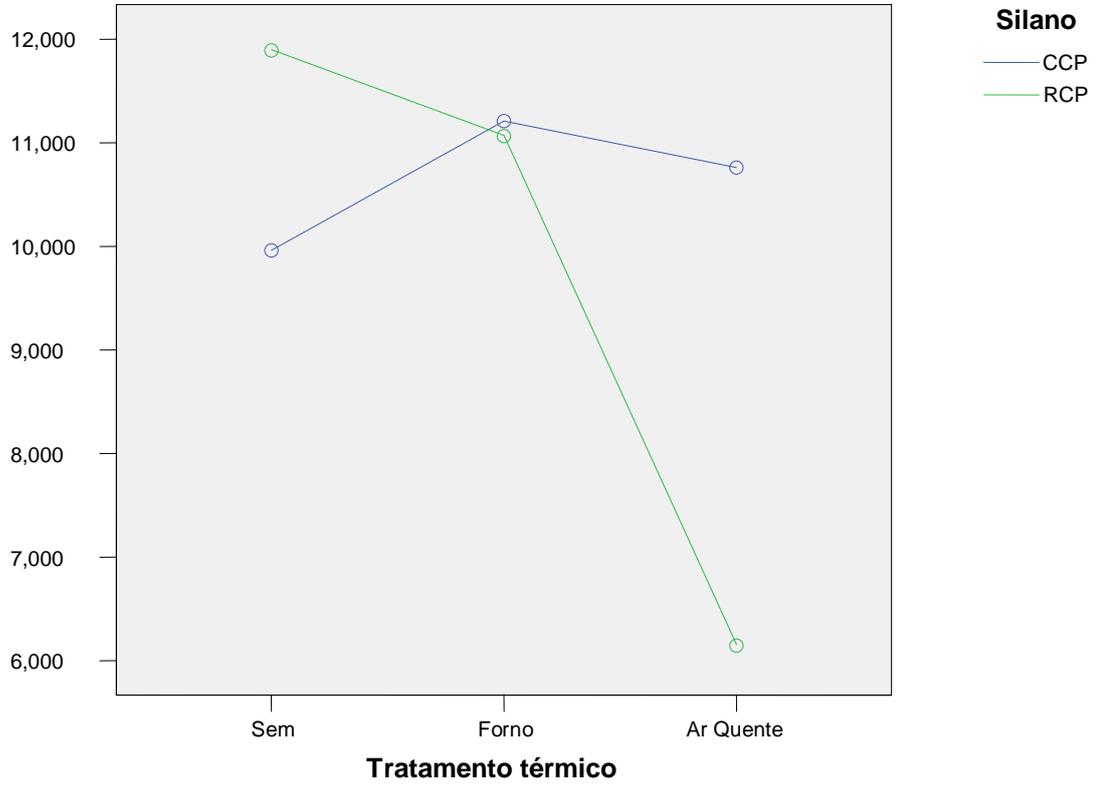
Médias de resistência de união (Mpa)

Figura 2 - Gráfico comparativo entre as variáveis Silano e Tratamento térmico

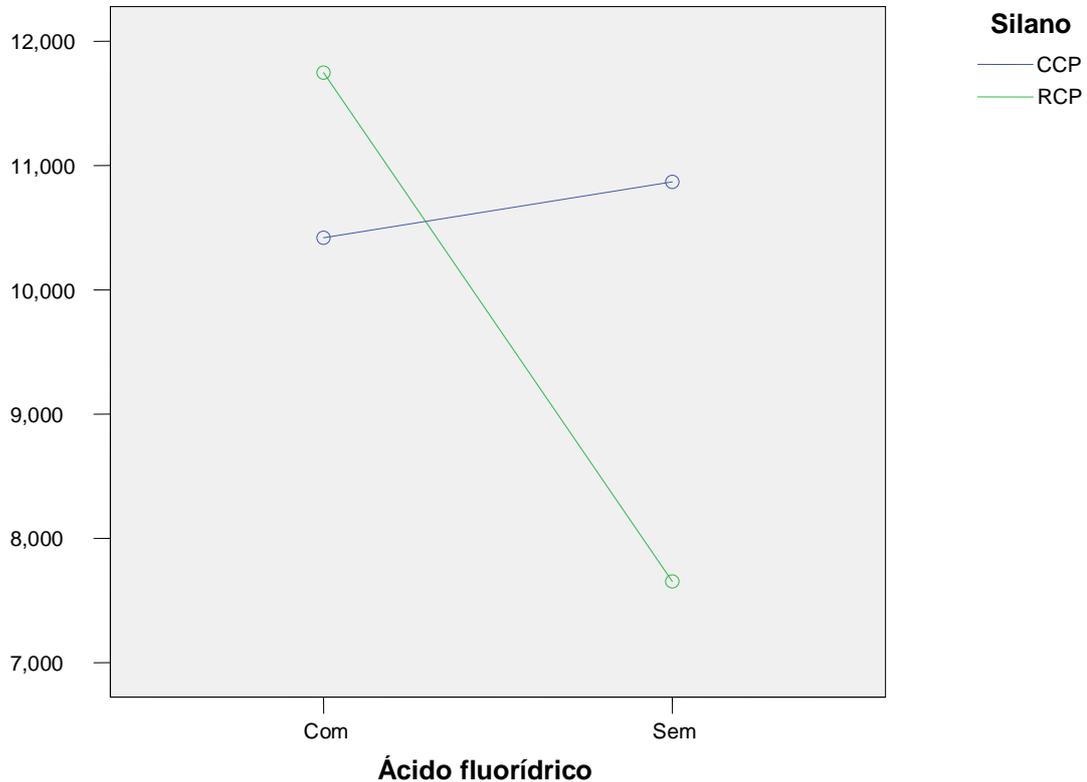
Médias de resistência de união (Mpa)

Figura 3 - Gráfico comparativo entre as variáveis Silano e Ácido fluorídrico

Foi possível constatar uma diferença significativa ($p=0,042$) entre as variáveis silano (CCP e RCP) e tratamento térmico (Sem, com forno, com ar quente) uma vez que o silano RCP apresentou valores de resistência de união significativamente inferiores (Tabela 2) quando submetido ao tratamento térmico com ar quente. O silano CCP se mostrou mais estável com a variável tratamento térmico, sofrendo menor influência da mesma. Outra constatação foi a diferença, também significativa ($p=0,036$), entre as variáveis silano (CCP e RCP) e ácido fluorídrico (Com e sem), onde o silano RCP apresentou valores inferiores de resistência de união (Tabela 2).

Ao analisar os resultados de resistência de união (MPa) apresentados na Tabela 2, pôde-se observar que o grupo 11 ($2,63 \pm 0,625$), quando comparado aos demais grupos, apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,042$). Notou-se também que este grupo, apresentou o menor valor médio de resistência de união quando comparado aos demais grupos deste estudo (Tabela 2).

Tabela 2 - Média e desvio padrão dos dados de resistência de união (MPa) obtidos para os diferentes métodos de condicionamento

Grupo	Média de resistência de união em Mpa	Desvio padrão
AFL + CCP + P	9,16	0,909
AFL + CCP + TT(forno) + P	13,15	1,100
CCP + TT(forno) + P	9,27	1,251
AFL+ CCP + TT(ar quente) + P	8,95	0,954
CCP + TT(ar quente) + P	12,58	1,247
CCP + P	10,76	0,969
AFL + RCP + P	16,01	0,902
AFL + RCP + TT(forno) + P	9,57	1,065
RCP + TT(forno) + P	12,55	0,504
AFL+ RCP + TT(ar quente) + P	9,66	0,646
RCP + TT(ar quente) + P	2,63	0,625
RCP + P	7,77	0,653

Foi constatada uma maior quantidade de falhas pré-teste nos grupos 10 e 11, grupos este que receberam a aplicação do silano RCP. Os grupos 3, 5, 8, 9 e 12 também apresentaram falhas, porém em números inferiores. Já os grupos 1, 2, 4, 6 e 7 não apresentaram falhas pré-teste (Tabela 3).

Tabela 3 - Número de falhas pré-teste e número de espécimes testados para os diferentes métodos de condicionamento

Grupo	Número de falhas pré-teste	Número de espécimes testados
AFL + CCP + P	0	25
AFL + CCP + TT(forno) + P	0	25
CCP + TT(forno) + P	3	22
AFL+ CCP + TT(ar quente) + P	0	25
CCP + TT(ar quente) + P	2	23
CCP + P	0	25
AFL + RCP + P	0	25
AFL + RCP + TT(forno) + P	2	23
RCP + TT(forno) + P	1	24
AFL+ RCP + TT(ar quente) + P	5	20
RCP + TT(ar quente) + P	6	19
RCP + P	2	23

A análise em MEV das amostras fraturadas revelou que todas as fraturas ocorreram dentro da zona adesiva (Figura 4). A zona adesiva é definida como a região na qual o adesivo interage com os dois substratos promovendo adesão. A zona adesiva neste estudo consistiu do seguinte: a) região interfacial entre o adesivo e o cimento resinoso dentro da 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 9,6%, na qual ocorre união micromecânica e química.

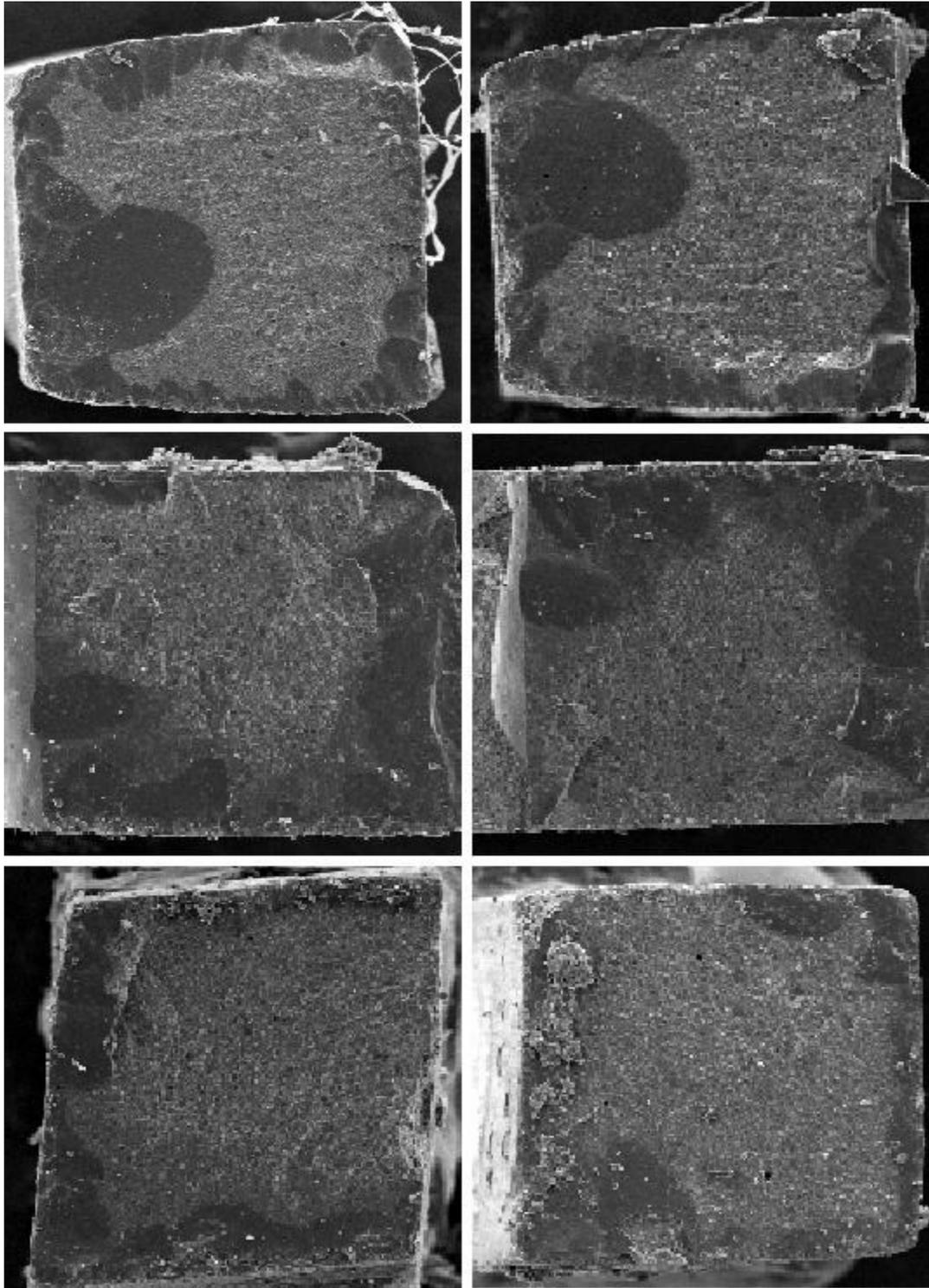
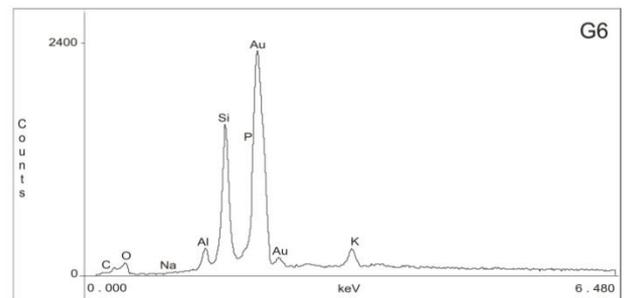
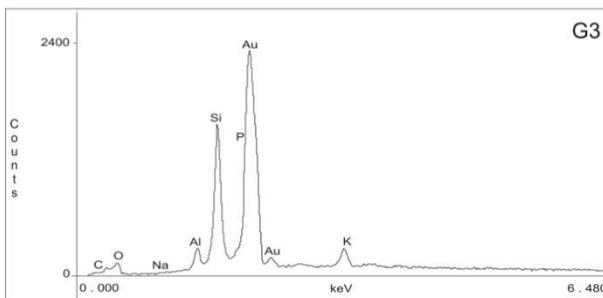
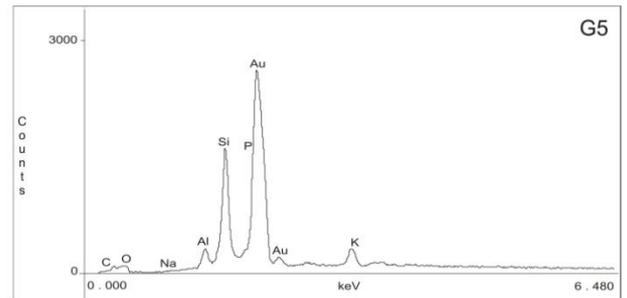
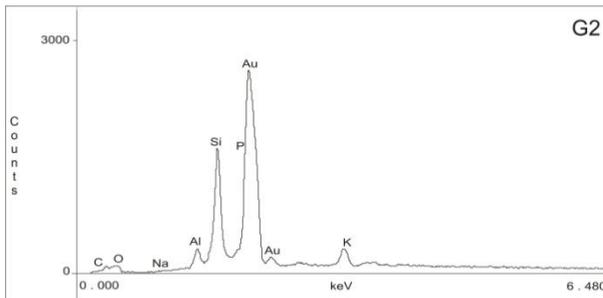
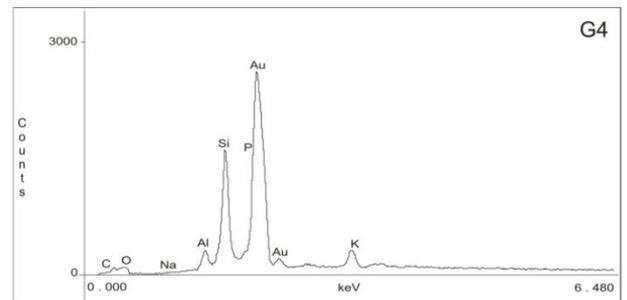
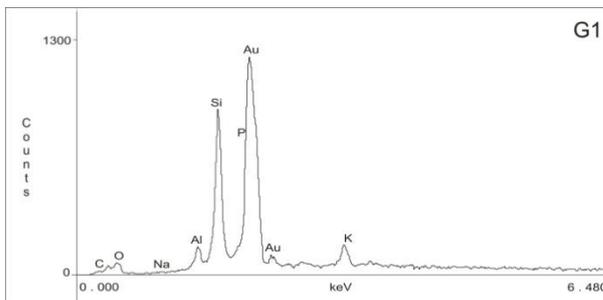


Figura 4 - Micrografias representativas do padrão de falha das amostras de diferentes grupos

A análise química via MEV e EDS foi realizada em uma amostra cerâmica de cada grupo do estudo (Figura 5 e 6). Com relação aos espectros de raio-X referentes a essas amostras, observou-se que os elementos silício (Si), sódio (Na), alumínio (Al), potássio (K), oxigênio (O) e carbono (C) são comuns para todos os espectros, o que caracterizam a microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica (SiO_2) e feldspato de potássio ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) ou de sódio ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) ou ambos.



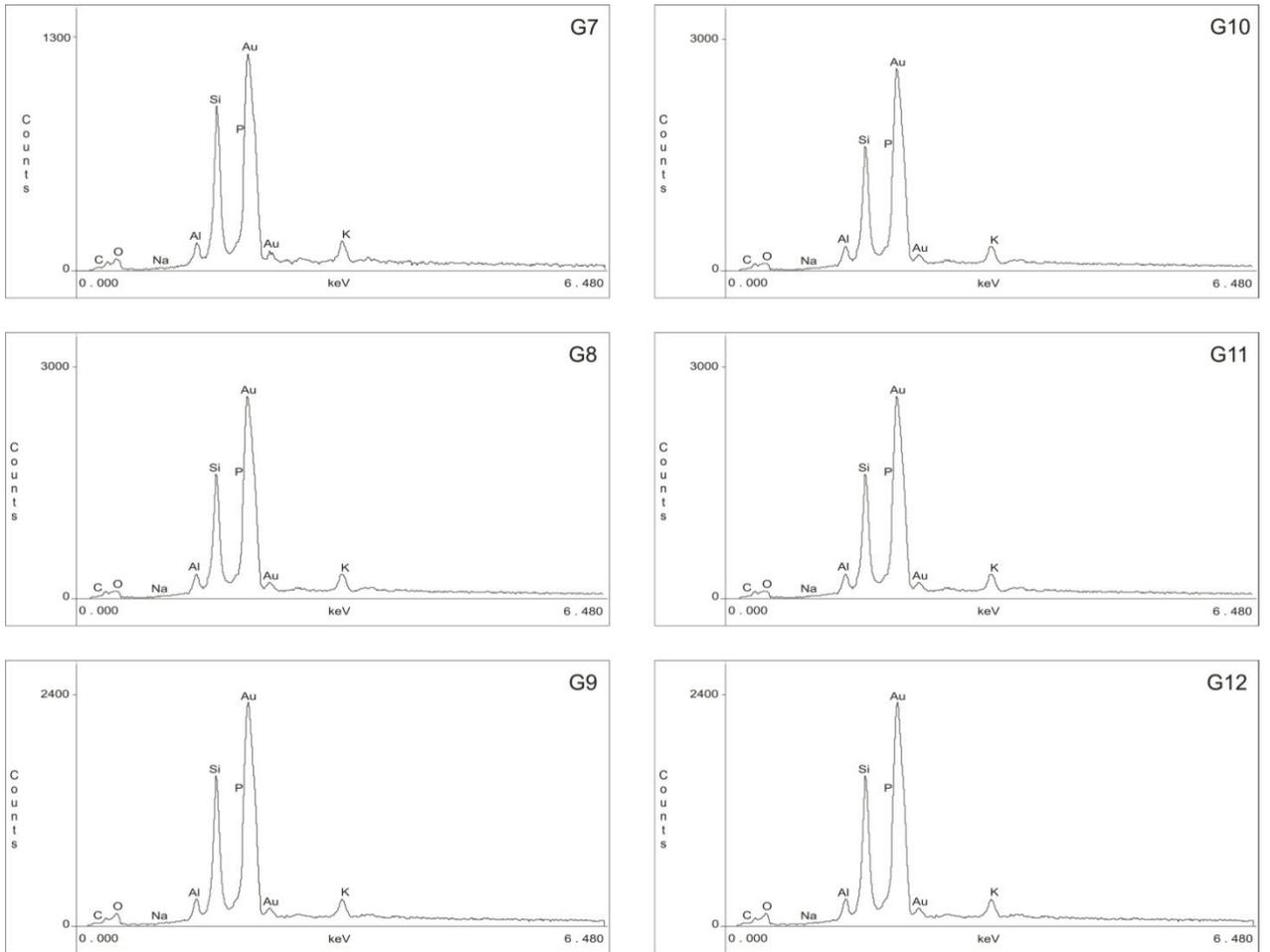


Figura 5 - Espectros de raio-X de uma amostra de cada grupo após o condicionamento de superfície

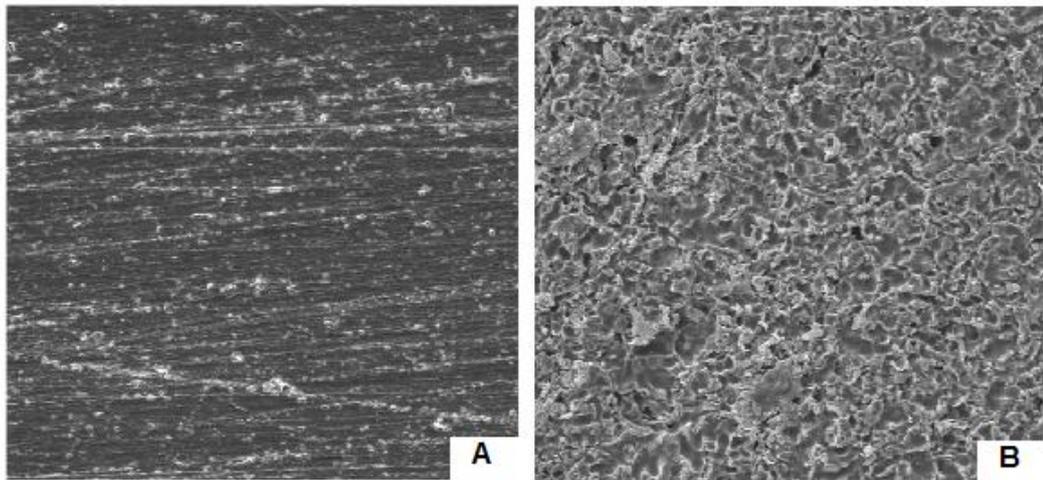


Figura 6 - **A** - Micrografia representativa da superfície cerâmica dos grupos que não sofreram condicionamento ácido (500X); **B** - Micrografia representativa da superfície cerâmica dos grupos que sofreram condicionamento ácido (500X)

6 DISCUSSÃO

Durante o processo de cimentação adesiva de uma restauração cerâmica, muitos fatores podem influenciar a união da mesma com a estrutura dentária. Após a cimentação, são obtidas duas interfaces: uma entre a restauração cerâmica e o cimento resinoso e outra entre o cimento resinoso e o elemento dentário. No presente estudo, avaliou-se a resistência de união da interface formada pela cerâmica e pelo cimento resinoso.

Existem diferentes ensaios mecânicos para avaliar a resistência de união. O ensaio de cisalhamento, embora seja muito utilizado por ser de fácil execução técnica, não pode ser considerado um teste mecânico ideal para o objetivo desse estudo, por apresentar em seus resultados uma frequência muito grande de falhas coesivas nos substratos estudados. A grande incidência de falhas coesivas relacionadas ao referido ensaio mecânico deve-se, entre outros fatores, à distribuição não uniforme das tensões na área adesiva dos espécimes submetidos à força de cisalhamento, solicitando mais o substrato que a própria interface adesiva (DELLA BONA, VAN NOORT, 1995; VERSLUIS, TANTBIROJN, DOUGLAS, 1997). O teste de tração convencional, também apresenta algumas restrições diante da dificuldade de alinhamento das amostras em máquina de ensaio e da tendência em distribuir as tensões de modo desigual na interface adesiva (VAN NOORT, *et al.*, 1989).

A escolha do ensaio de microtração para verificar a força de resistência da união entre os materiais estudados foi embasada em trabalhos conclusivos quanto à sua eficiência e confiabilidade quando se analisou a força de união adesiva às

estruturas dentais e cerâmicas (SANO, *et al.*, 1994; PASHLEY, *et al.*, 1999). Além disso, muitos trabalhos da literatura enfatizam como grande vantagem do ensaio de microtração a possibilidade de se obter vários corpos-de-prova de uma pequena estrutura, seja ela uma restauração aderida a um dente humano ou bovino, por exemplo, ou pequenos blocos de cerâmica e resina aderidos entre si como realizado neste trabalho (DELLA BONA, ANUSAVICE, SHEN, 2000; FOWLER, *et al.*, 1992; PASHLEY, *et al.*, 1999; PHRUKKANON, BURROW, TYAS, 1998; SHONO, *et al.*, 1999). 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.

Os autores comentam sobre a necessidade de padronização dos ensaios de resistência adesiva para viabilizar uma comparação entre os resultados dos estudos (DELLA BONA, ANUSAVICE, SHEN, 2000; SANO, *et al.*, 1994). Discorrem sobre a dificuldade de se comparar os resultados obtidos por diferentes ensaios mecânicos pela ausência de padronização dos mesmos e por envolverem muitos detalhes que poderiam influir nos resultados.

Altas incidências de falhas pré-teste (Tabela 3) foram registradas no grupo 11, provavelmente, devido à frágil natureza das amostras combinada com a baixa resistência de união. 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.*, 2009).

O condicionamento com ácido fluorídrico cria um padrão micromorfológico na superfície cerâmica, levando a formação de microporos (Figura 6) que facilitam a interligação com polímeros e modificam a molhabilidade da superfície cerâmica

(AIDA, HAYAKAWA, MIZUKAWA, 1995; AYAD, FAHMY, ROSENSTIEL, 2008; CHEN, MATSUMURA, ATSUTA, 1998). Porém, este é um material que apresenta uma composição extremamente cáustica e nociva devendo ser utilizado com muita cautela ou até mesmo evitado clinicamente (BRENTTEL, *et al.* 2010; PEREIRA, BUONO, MOTA, 2010). Hooshmand, Van Noort e Keshvad (2002), constataram que a união entre a resina e a cerâmica pode ser obtida pela aplicação correta do silano sem a necessidade de condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico, o que corrobora com os resultados do estudo de Fabianelli *et al.* (2009). Fato semelhante foi encontrado no presente estudo, uma vez que se constatou a ausência de diferença estatisticamente significativa entre os grupos com e sem condicionamento ácido (Tabela 2), exceto para G11 ($2,63 \pm 0,625$) que apresentou valores significativamente inferiores ($p=0,042$) aos outros grupos. Tal fato pode ser justificado pela utilização de silanos distintos, o que conferiria diferente comportamento dos silanos quando submetidos aos diferentes tipos de tratamento térmico.

O uso do silano tem relevada importância para a técnica de cimentação adesiva segundo, Della Bona, Anusavice e Shen (2000) e Brentel *et al.* (2007), uma vez que o mesmo é considerado uma molécula organo-funcional que promove a adesão química entre o substrato inorgânico, que neste estudo está representado pelo silício contido na matriz vítrea da cerâmica feldspática Vita VM7 e os polímeros orgânicos como o HEMA que é encontrado no cimento resinoso Panavia F. Segundo Canay, Hersek e Ertan (2001) a aplicação do silano sobre a superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico, pode causar uma dissociação dos sais de fluorsilicato. Isso é realizado pela hidrólise e pela absorção do silano na superfície cerâmica condicionada. Outro fator importante é a capacidade do silano em

promover o melhor umedecimento de superfície, levando ao maior contato e infiltração do agente de união nas porosidades da superfície cerâmicas pelo condicionamento com ácido fluorídrico (BRENTTEL *et al.*, 2007).

Os silanos podem se apresentar em fase única de soluções pré-ativadas ou sistemas de dois componentes que devem ser misturados a fim de iniciar a reação de hidrólise. Soluções de silano pré-ativadas são compostas por três ingredientes: agente de acoplamento silano, componente ácido e solvente (HOOSHMAND, 2004). Os silanos pré-ativados apresentam uma maior taxa de hidrólise em comparação com os sistemas de dois componentes uma vez que a reação incompleta pode ocorrer se o solvente não for completamente evaporado, afetando as forças de ligação (BARGHI, 2000). Segundo Meyer Filho *et al.* (2004), silanos pré-hidrolisados de frasco único apresentam um número maior de grupos silanóis disponíveis para reagir com a sílica da superfície da cerâmica do que silanos de dois frascos, nos quais a hidrólise ocorre com a agregação de dois componentes (silano e ácido ativado por hidrólise), momentos antes de sua aplicação. Muitos fatores (pH, solventes, tamanho molecular, etc) podem exercer uma influência na forma como as moléculas de silano podem absorver, condensar ou interagir com o substrato, influenciando a eficácia de acoplamento (MOTICELLI, 2006). A utilização de silano pré-hidrolisado de frasco único torna o procedimento clínico mais fácil e reduz possíveis erros operatórios.

O tratamento térmico do silano 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 (FABIANELLI, *et al.*, 2009; HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD,

2002; MOHARAMZADEH, *et al.*, 2008). Existem diferentes métodos para a realização do tratamento térmico do silano, como: forno à 100 °C por 2 minutos (FABIANELLI, *et al.*, 2009), ar quente à 50 ± 5°C por 1 minuto (HOOSHMAND, VAN NOORT, KESHVAD, 2002). Com intuito de constatar qual técnica de tratamento térmico do silano proporcionaria melhores valores na resistência de união, optou-se pela: não realização do aquecimento, realização do aquecimento em forno à 100 °C por 2 minutos e realização do aquecimento com ar quente à 50 ± 5°C por 1 minuto. Foi possível constatar maiores valores médios de resistência, independentemente do silano utilizado, para os grupos que receberam tratamento térmico em forno G2 (13,15 ± 1,100); G3 (9,27 ± 1,251); G8 (9,57 ± 1,065); G9 (12,55 ± 0,504). Já os grupos que receberam tratamento térmico com ar quente, foi possível constatar maiores valores médios de resistência para os grupos condicionados com o silano CCP que contem MDP, G4 (8,95 ± 0,954) e G5 (12,58 ± 1,247), quando comparado os grupos condicionados com o silano RCP, G10 (9,66 ± 0,646) e G11 (2,63 ± 0,625).

Ao analisar os valores médios de resistência de união para os diferentes grupos do estudo (Tabela 2), notou-se que o tratamento térmico do silano com ar quente, se mostrou significativamente ($p=0,042$) menos eficiente para os grupos tratados com o silano RCP. O comportamento distinto entre diferentes formas de tratamento térmico é esperado devido à natureza química do agente de união Silano. Com a presença de solventes à base de álcool, a forma como a evaporação ocorre após sua aplicação na superfície da cerâmica poderia gerar diferentes resultados da resistência de união. Segundo Hooshmand, Van Noort e Keshvad (2002), após a secagem, não se observa uma monocamada de silano, mas uma interface com três diferentes estruturas: uma camada mais externa de oligômeros

pequenos que são adsorvidos ao vidro, passível de ser removida por solventes orgânicos ou por água à temperatura ambiente. Uma segunda região consistiria de oligômeros similares ligados por pontes siloxanas hidrolisáveis por água quente. Na região mais próxima da superfície do vidro as ligações cruzadas são mais freqüentes e uniformes, formando uma rede tridimensional regular, hidroliticamente mais estável. Apenas esta última camada seria necessária para melhorar a adesão. A remoção da camada mais externa do filme de Silano poderia favorecer a adesão, deixando-se apenas a camada mais estável adsorvida quimicamente à superfície da cerâmica (HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A., 2002).

A utilização de cimentos resinosos contendo MDP proporciona uma união química estável, resistente à degradação hidrolítica, tal fato pode justificar os valores de resistência obtidos nos grupos que não receberam condicionamento ácido e tratamento térmico do silano G6 ($10,76 \pm 0,969$) e G12 ($7,77 \pm 0,653$). Estudo semelhante desenvolvido por Carvalho *et al.* (2011) descreve valores semelhantes para o grupo que recebeu o mesmo protocolo de condicionamento e cimentação ($10,90 \pm 1,80$ MPa) com a utilização do mesmo silano CCP. 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 (HUMMEL E KERN, 2004). Foi possível constatar uma maior estabilidade comportamental nos grupos que receberam aplicação do silano CCP, silano este que apresenta MDP em sua composição. A presença deste componente no silano pode ser sugerida como responsável pelos maiores valores de resistência de união constatados, quando comparado ao silano RCP que não apresenta MDP.

Ao se analisar as imagens em MEV dos blocos cerâmicos dos grupos 1, 2, 4, 7, 8, 10, notou-se um padrão de superfície proporcionado pelo condicionamento com ácido fluorídrico que produziu o condicionamento esperado (Figura 6), com a presença de porosidades e sulcos o que corrobora com Canay, Hersek e Ertan (2001), Della Bona e Anusavice (2002) e Leite (2005). Porém, nas imagens em MEV dos blocos cerâmicos dos demais grupos, notou-se um padrão topográfico diferente uma vez que a superfície cerâmica apresentou ranhuras ocasionadas pelas lixas d'água e pequenos poros decorrentes do processamento do bloco cerâmico.

Na análise das imagens dos palitos obtidas pelo MEV (Figura 4), constatou-se que todas as fraturas analisadas ocorreram na zona adesiva, não sendo detectada fratura coesiva na porcelana. Essas imagens 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, SHEN, 2000; PASHLEY, *et al.*, 1999; PHRUKKANON, BURROW, TYAS, 1998; SANO, *et al.*, 1994; SHONO, *et al.*, 1999).

A análise química via MEV e EDS foi realizada em uma amostra cerâmica de cada grupo do estudo. Com relação aos espectros referentes a essas amostras, observou-se a presença das linhas espectrais dos elementos químicos presentes na microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica (SiO_2) e feldspato de potássio (K_2O , Al_2O_3 , 6SiO_2) ou de sódio (Na_2O , Al_2O_3 , 6SiO_2) concordando com os estudos de Boscato *et al.* (2004) e Carvalho *et al.* (2011). As porcentagens dos elementos presentes nas superfícies analisadas se mostraram próximas entre os grupos analisados, descartando a possibilidade de alterações químicas decorrentes do tratamento térmico, como constatado nos estudos de

Carvalho *et al.* (2011).

Os grupos analisados que foram submetidos ao tratamento térmico do silano contendo MDP, com condicionamento prévio com ácido fluorídrico (G2 e G4), e sem condicionamento prévio (G3 e G5), obtiveram resistência de união estatisticamente semelhantes entre si e ao grupo controle (G1). Portanto, de acordo com os resultados obtidos nesse estudo, pôde-se afirmar que existe a possibilidade de eliminação do ataque com ácido fluorídrico, uma vez que a resistência de união não diminuiu quando esta etapa foi eliminada. Entretanto, Matinlinna e Vallittu (2007) ressaltam que o silano utilizado sem o condicionamento prévio, promove inicialmente uma elevada resistência de união, porém ele se deteriora com o tempo. Sugere-se, então, que novos estudos que utilizem o mesmo ensaio mecânico e os mesmos métodos de tratamento térmico do silano contendo MDP sejam realizados, mas que também avaliem a durabilidade da resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

7 CONCLUSÕES

De acordo com a metodologia aplicada, concluiu-se que o tratamento térmico do silano pré-hidrolisado contendo MDP, realizado em forno à 100 °C por 2 minutos, foi efetivo na manutenção dos valores de resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

8 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.

AL EDRIS, A.; AL JABR, A.; COOLEY, R. L.; BARGUI, N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 64, n. 6, p. 734-9, Dec. 1990.

AMARAL, R. *et al.* Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: The effect of surface conditioning. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 22, n. 3, p. 283-290, Mar. 2006.

ANDREATA FILHO, O. D. *et al.* Effect of the thermocycling on bond strength of an aluminous ceramic to a resin cement. **Cienc Odontol Bras**, São Paulo, v. 6, n. 3, p. 32-39, 2003.

ANUSAVICE, K. J. Cerâmicas odontológicas. **Phillips Materiais Dentários**. Trad. DOURADO, A. *et al.* 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.

BARGHI, N.; BERRY, T.; CHUNG K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. **J Oral Rehabilitation**, Aarhus, v. 27, n.5, p. 407–412, May. 2000.

BERRY, T.; BARGHI, N.; CHUNG, K. Effect or water storage on the silanization in porcelain repair strength. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.26, n. 6, p.459-63., Jun. 1999.

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

BOSCATO, N.; DELLA BONA, A.; CURY, A. D. B. Caracterização de uma cerâmica vítrea bifásica. **Pesq Odontol Bras**, São Paulo, v. 18, supl. 1, p. 186, 2004.

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. **Percepção - Estética em Próteses Livres de Metal em Dentes Naturais e Implantes**. VALANDRO, L. F.; BOTTINO, M. A. 1.ed. São Paulo: Artes Médicas. 2009. Cap. 7, p. 469-542.

BRAGA, R. R.; BALLESTER, R. Y.; CARRILHO, M. R. Pilot study on the early shear strength of porcelain-dentin using dual-cure cements. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 81, n. 3, p. 285-9, Mar. 1999.

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.

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

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.

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

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. 1591-1596, Sep. 1995.

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.; 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.; MECHOLSKY JR, J. J. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 19, n. 8, p. 693-699, Dec. 2003.

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. *et al.* Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 23, n. 6, p. 769-775, Jun. 2007.

DÜNDAR, M. *et al.* Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 23, n. 5, p. 630-633, May 2007.

DUTRA-CORRÊA, M.; RIBEIRO, C. F.; CUNHA, L. A. Flexural strength of resin cements. **Cienc Odontol Bras**, São Paulo, v. 9, n. 1, p. 93-98, 2006.

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, 2009.

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.

GORACCI, C. *et al.* Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 20, n. 7, p. 643-654, Sep. 2004.

KONTONASAKI, E. *et al.* Microstructural characterization and comparative evaluation of physical, mechanical and biological properties of three ceramics for metal-ceramic restorations. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 24, n. 10, p. 1362-1373, Oct. 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.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 20, n. 5, p. 635-642, July. 2004.

HUMMEL, M.; KERN, 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.

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**, São Paulo, 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.

MONTICELLI, F.; TOLEDANO, M.; OSORIO, R.; FERRARI, M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. **Dent Mater**, Washington, v. 22, n. 1, p. 1024-1028, Jan. 2006.

NAGAYASSU, M. P. *et al.* Effect of surface treatment on the shear Bond strength of

a resin-based cement to porcelain. **Braz Dent J**, São Paulo, v.17, n.4, p.290-295, Jan. 2006.

OYAGÜE, R. C. *et al.* Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 25, n. 2, p. 172-179, Feb. 2009.

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.

ÖZDEN, A. N.; AKALTAN, F.; CAN, G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis. v. 72, n. 1, p. 85-8, Jul. 1994.

PACHECO, J. F. M.; GOES, M. F.; CONSANI, S. Influência do condicionamento e da aplicação de Silano na resistência da união porcelanaresina composta. **Rev ABO Nac**, São Paulo, v. 7, n. 2, p. 81-5, Abr-Mai. 1999.

PALLAVICINI, P.; DACARRO, G.; GALLI, M.; PATRINI M. Spectroscopic evaluation of surface functionalization efficiency in the preparation of mercaptopropyltrimethoxysilane self-assembled monolayers on glass. **J Colloid Interface Sci**, v. 332, p. 432-438, Jan 2009.

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

PEKKAN, G. *et al.* Evaluation of shear and tensile Bond strength between dentin and ceramics using dual-polymerizing resin cements. **J Prosthet Dent**, St Louis, v. 102, n. 4, p. 242-252, Oct. 2009.

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 bond test. **Dent Mater**, Washington, v. 14, n. 6, p. 212-221, June 1998.

PISANI-PROECA, J. *et al.* Influence of ceramic surface conditioning and resin cement on microtensile bond strength to a glass ceramic. **J Prosthet Dent**, St Louis,

v. 96, n. 6, p. 412-417, Dec. 2006.

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, Sept. 2010.

RODRÍGUEZ, J. L. R. *et al.* In vitro experimental study of bonding between aluminium oxide ceramics and resin cements. **Med Oral Patol Oral Cir Bucal**, v. 15, n. 1, p. 95-100, Jan. 2010.

RODRIGUES JUNIOR, S. A.; FERRACANE J. L.; DELLA BONA, A. Influence of surface treatments on the Bond strength of repaired resin composite restorative materials. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 25, n. 4, p. 442-451, Apr. 2009.

ROULET, J. F.; SÖDERHOLM, K. J. M.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic / composite bond strength. **J Dent Res**, Washington DC, v. 74, n. 1, p. 381-7, Jan. 1995.

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, July 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.

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

SILVA, N. R. F. A. *et al.* Bond angle effects on microtensile bonds: Laboratory and AEF comparison. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 22, p. 314-324, 2006.

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, June 1997.

XIE, Y.; HILL, C. A. S.; XIAO, Z.; MILITZ, H.; MAI, C. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. **Composites Part A**, v. 41, n. 7, p. 806-819, July 2010.