

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

Maria Elizabeth Marques Nogueira Martins

**EFEITO DE DIFERENTES SOLUÇÕES NA LIMPEZA SÔNICA DOS
PRECIPITADOS DO ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA
E UM CIMENTO RESINOSO**

Juiz de Fora

2009

MARIA ELIZABETH MARQUES NOGUEIRA MARTINS

**EFEITO DE DIFERENTES SOLUÇÕES NA LIMPEZA SÔNICA DOS
PRECIPITADOS DO ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A RESISTÊNCIA
DE UNIÃO ENTRE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA
E UM CIMENTO RESINOSO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Universidade Federal de Juiz de Fora, como parte dos requisitos do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* Mestrado em Clínica Odontológica – área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Helcio Nagib José Féres Reskalla
Co-Orientadora: Prof^a. Dra. Fabíola Pessôa Pereira Leite

Juiz de Fora
2009

Martins, Maria Elizabeth Marques Nogueira

Efeito de diferentes soluções na limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso/ Maria Elizabeth Marques Nogueira Martins. -- 2009.

104 f.: il.

Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica)-Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2009.

1. Prótese dentária. 2. Materiais dentários. I. Título.

CDU 616.314-089.28

**“Efeito de diferentes soluções na limpeza sônica dos precipitados
do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma
cerâmica feldspática e um cimento resinoso”**

Maria Elizabeth Marques Nogueira Martins

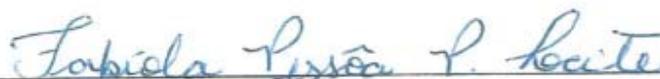
ORIENTADOR: Prof. Dr. Hécio Nagib José Feres Reskalla

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

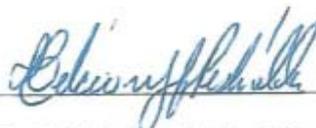
Aprovada em 27/02/2009



Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara



Profa. Dra. Fabiola Pessoa Pereira Leite



Prof. Dr. Hécio Nagib José Feres Reskalla

Dedico este trabalho...

Ao meu filho Gabriel – minha vida, minha Luz! Que os bons exemplos possam ajudá-lo em suas escolhas. A você todo o meu amor!

Aos meus pais Paulo Nogueira e Maria da Fonseca Marques Nogueira, que com sabedoria, firmeza e abdicção, deram-me a oportunidade de estudar, me incentivando sempre, mesmo quando tudo me parecia tão distante.

A minha querida irmã Maria Christina, exemplo de dedicação e amor à docência, pela presença marcante em todos os momentos de minha caminhada acadêmica.

Aos meus irmãos Marcus e Marcius, pelo apoio e incentivo, por estarem presentes nos meus momentos mais difíceis.

Ao meu esposo Alexandre Martins, pelo suporte que me permitiu concluir esta etapa de minha vida.

Minha eterna gratidão...

A *Deus* todo poderoso, por me ensinar a acreditar em mim mesma e enxergar os seus sinais, pelo seu infinito amor e misericórdia.

À *Professora Doutora Fabíola Pessoa Pereira Leite*, minha co-orientadora e amiga, presença fundamental para que tudo isso se tornasse possível e real. Seu apoio e atenção incondicionais no decorrer deste curso fizeram com que se tornasse para mim, exemplo de profissionalismo e amor pela pesquisa. Pessoa maravilhosa com quem tive o privilégio de conviver, agradeço imensamente por todos os ensinamentos, pela paciência em controlar minhas angústias... Sou imensamente grata também, pela confiança que depositou em mim, e especialmente por ter se tornado essa amiga tão especial. A você, todo o meu carinho e gratidão!

À *Professora Doutora Maria das Graças Afonso de Miranda Chaves*, coordenadora do Programa de Pós-Graduação – Mestrado em Clínica Odontológica, por todo o apoio a mim dispensado desde o primeiro momento em que sonhei com o Mestrado.

Aos *Professores do Programa de Pós-Graduação em Prótese Dentária* da Faculdade de Odontologia da UNESP – São José dos Campos, *Doutores Estevão Tomomitsu Kimpara* e *Marco Antônio Bottino*, pelo apoio na execução da parte experimental deste estudo nos laboratórios de pesquisa.

Aos *amigos do Doutorado em Prótese Dentária* da UNESP, *Aleska Vanderlei* e *José Renato Cavalcanti de Queiroz*, pela acolhida, amizade e paciência com que me ajudaram no desenvolvimento da parte experimental deste estudo.

A *amiga do mestrado, Milene de Oliveira*, pela contribuição fundamental na etapa qualitativa do estudo de microscopia eletrônica de varredura. Seu interesse, preocupação e conhecimento científico tornaram possível a realização desta fase do experimento.

Aos Professores do Curso de Especialização em Prótese Dentária do Pós-Odonto Suprema, Doutores Elson Braga Melo e Fernanda Porto, por acreditarem em meu trabalho, pelo conhecimento científico, incentivo, compreensão e presteza em todos os momentos.

Aos Professores Doutores Evandro de Toledo Lourenço Júnior e Aneliese Holetz de Toledo Lourenço, pela participação na construção de minha vida profissional e cujo exemplo de determinação me forneceu estímulo e coragem para participação neste curso.

Ao Professor Doutor José Alberto Castanõn, pelo grande apoio e incentivo no decorrer do Mestrado.

Aos amigos da Unidade Básica de Saúde Bucal - Esplanada, da PMJF, Arlete de Almeida Ladeira, Jussara das Graças Cruz, Maria Aparecida Baeta Guimarães, Maria Inês de Almeida, Marize Helena Clemente e Sérgio Rocha, pela preocupação, compreensão e paciência durante os dois anos do curso.

Aos meus grandes amigos, Luciana Pícoli, Marcelo Pícoli, Luzia Helena Ribeiro, Daniela Perota, Anderson Barbosa de Almeida, Marco Pícoli, Peterson Rocha, Simone Cedrola, Fabiana Mara Brasil, pela constante presença nos momentos de alegria e de dificuldades. Vocês fazem parte de minha vida!

À Maria Carmem Martins de Faria, pela constante presença nos momentos mais difíceis.

A todos os meus familiares, pelo carinho com que torceram para que tudo terminasse bem.

Aos meus pacientes, pela compreensão de não poder atendê-los prontamente no decorrer destes dois anos.

AGRADECIMENTOS

À *Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora*, por intermédio de seu *Diretor, Professor Doutor Antonio Márcio Resende do Carmo*.

Ao *Programa de Pós-Graduação – Mestrado em Clínica Odontológica*, coordenado pela *Professora Doutora Maria das Graças Affonso de Miranda Chaves*, pela oportunidade concedida.

Ao *Professor Doutor Josemar Parreira Guimarães*, agradeço pela atenção no primeiro ano do Mestrado.

Ao *meu orientador, Professor Doutor Helcio Nagib José Féres Reskalla*, pela paciência e compreensão com que viabilizou minha participação na primeira turma do Mestrado da FO/UFJF, estando sempre favorável nos momentos difíceis dessa caminhada.

Aos *Professores do Programa de Pós-Graduação – Mestrado em Clínica Odontológica*, pelos ensinamentos transmitidos.

À *Professora Doutora Karina De Vitto* e ao *Professor Mestre Alfredo Chaoubah*, pela atenção dispensada e pela disponibilidade na realização da parte estatística deste trabalho.

Ao *Professor Doutor Mauro Vieira de Almeida*, do Departamento de Química, ICE/UFJF, pela importante contribuição na interpretação e explicação dos resultados obtidos neste estudo.

Aos *amigos* do Programa de Pós-Graduação Mestrado em Clínica Odontológica primeira turma: *Bruno, Karine, João Paulo, Lígia, Luciano, Magno, Milene, Paulo Sérgio* e *Roberta*; e segunda turma: *Cirley, Mônica* e *Paulo*, pelo carinho, apoio e pelos momentos de descontração.

À *secretária* do Programa de Pós-Graduação – Mestrado em Clínica Odontológica, *Wanessa Alonso Ribeiro*, pelas informações e atenção prestadas.

Ao *Professor Durval Rodrigues Júnior*, do Departamento de Engenharia de Materiais da Faenquil/USP – Campus Lorena, pela disponibilidade e auxílio durante a realização do EDS.

Aos *Professores e Funcionários* do NAP/MEPA da ESALQ/USP – Campus Piracicaba, pela disponibilidade e presteza durante a realização do MEV.

À *Wilcos do Brasil*, por meio do seu diretor *Sr. Fábio Coppo*, pelos materiais fornecidos para a realização desse estudo.

A *CAPES*, pelo grande apoio no Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu*.

À *amiga Jeanne Melandre* pela dedicação, paciência e rigor durante o processo de formatação do presente trabalho.

MARTINS M. E. M. N. **Efeito de diferentes soluções na limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.** Juiz de Fora (MG) 2009. 104 f. Dissertação (Pós-Graduação *Stricto Sensu* – Mestrado em Clínica Odontológica) – Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a hipótese: diferentes soluções utilizadas na limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico influenciam os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. Foram confeccionados 20 blocos cerâmicos (VITA VM7[®]), os quais foram duplicados em resina composta (W3D[®]). Os blocos foram aleatoriamente divididos em quatro grupos (n = 5): G1 – AFL 9,6% (Dentsply[®]) por 20 segundos seguido pela lavagem jato ar-água (60 segundos) e secagem (Controle); G2 – AFL 9,6% por 20 segundos + limpeza sônica (Vitasonic[®]) com água destilada por 4 minutos e secagem; G3 – AFL 9,6% por 20 segundos + limpeza sônica com acetona 99,5% e secagem; G4 – AFL 9,6% por 20 segundos + limpeza sônica com álcool 70% por 4 minutos e secagem. Posteriormente, cada bloco cerâmico, foi silanizado Porcelain Primer (Dentsply[®]) e unido, com o cimento resinoso Rely X[™] ARC, ao seu correspondente de resina composta. Cada conjunto cerâmica-cimento-resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras (áreas reduzidas e padronizadas), com 1,0 mm² de área adesiva. As amostras foram fixadas em um paquímetro adaptado, que foi acoplado em uma máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10 Kgf, velocidade de 1,0 mm/minuto e submetidos ao ensaio de tração. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e ao teste de *Tukey* com níveis de significância de 5%. Os valores de resistência de união e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: G1) 16,60 ± 0,52^a; G2) 18,75 ± 0,37^b; G3) 16,09 ± 0,92^a e; G4) 15,75 ± 1,38^a. A limpeza sônica pós-condicionamento resultou em diferenças significantes (p < 0.05) entre os grupos. Com base nos resultados obtidos foi possível concluir que a limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico com água destilada, aumentou os valores de

resistência de união. A limpeza sônica não alterou os valores de resistência de união quando se utilizou como solução acetona 99,5% e álcool 70%.

Palavras-chaves: Adesão. Prótese dentária. Interface. Materiais dentários. Limpeza sônica.

MARTINS M. E. M. N. ***Effect of different media ultrasonic cleaning of the hydrofluoric acid precipitates on the bond strength between a feldspatic ceramic and a resin cement.*** Juiz de Fora (MG) 2009. 104 f. Dissertação (Pós-Graduação *Stricto Sensu* – Mestrado em Clínica Odontológica) – Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the hypotheses: different ultrasonic cleaning media of the hydrofluoric acid precipitates influence the values of union resistance between ceramic feldspatic and resinous cement. Twenty blocks of Vita VM7 ceramic (VITA®) were obtained. The cementation surface of each block was duplicated in resin composite (W3D®). Ceramic blocks were randomly assigned in to 4 groups (n = 5/per group): G1 – etching with 9,6% AFL (Dentsply®) for 20s + rinsing with water spray for 60s + drying (Control); G2 – 9,6% AFL for 20s + rinsing with water spray for 60s + ultrasonic cleaning (Vitasonic®) in distilled water for 4 min + drying; G3 – 9,6% HF for 20s + rising with water spray for 60s + ultrasonic cleaning in acetone 99,5% 4 min + drying; G4 – 9,6% AFL for 20s + rinsing with water spray for 60s + ultrasonic cleaning in alcohol 70% for 4 min + drying . The ceramic blocks were silanized Porcelain Primer (Dentsply®) and cemented to the composite blocks using the resin cement RelyX™ ARC. The cemented blocks were sectioned in to axes (X and Y) with a diamond disk under coolant irrigation in order to obtain microbars with 1,0 mm² of bonding area. Each bar was attached to an adapted device and the microtensile test was performed using a universal testing machine (crosshead speed: 1 mm/min. The bond strengths and SD in Mpa were as follows: G1) 16,60 ± 0,52^a; G2) 18,75 ± 0,37^b; G3) 16,09 ± 0,92^a e; G4)15,75 ± 1,38^a. Ultrasonic cleaning media after etching resulted in signifant difference among the groups (p < 0,05) (One-way ANOVA and Tuckey test). Only ultrasonic cleaning in distilled water demonstrated the highest bon strength with the tested resin-cement to feldspatic ceramic. Ultrasonic cleaning in acetone 99,5% and alcohol 70% did not affect the bond results.

Keywords: Adhesion. Prosthodontics. Interfaces. Dental materials, Ultrasound clear.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Quadro demonstrativo da descrição dos materiais, nome comercial e fabricante.....	57
Figura 2 - Quadro demonstrativo da descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção dos corpos-de-prova.....	58
Figura 3 - Ilustração do padrão de resina acrílica.....	58
Figura 4 - Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a) moldagem do padrão; b) secção do molde; c) molde isolado com óleo mineral; d e e) inserção e condensação da massa; f) remoção do bloco cerâmico; g e h) blocos cerâmicos no forno antes da sinterização; i) bloco cerâmico antes da cocção; j) blocos cerâmicos após cocção; k) padrão de resina acrílica, bloco cerâmico antes e após cocção.....	59 60
Figura 5 - Fotografia do aparelho de ultra-som.....	61
Figura 6 - Seqüência de confecção do bloco de resina composta: a) moldagem do bloco cerâmico; b) remoção do bloco cerâmico; c) condensação da resina composta; d) fotopolimerização da resina composta; e) molde preenchido; f) amostra de polímero obtida.....	62
Figura 7 - Quadro demonstrativo dos grupos estudados.....	63
Figura 8 - Condicionamento da superfície cerâmica: a e b) aplicação do AFL 9,6%; c) aplicação do AFL 9,6%; d) superfície cerâmica condicionada.....	64
Figura 9 - a e b) limpeza sônica dos precipitados ácidos com água destilada.	64
Figura 10 - Sequência de cimentação: a) bloco cerâmico e o seu correspondente de resina composta; b) bloco cerâmico após silanização; c) conjunto cerâmica-cimento-resina composta no delineador adaptado; d) fotopolimerização do conjunto cerâmica-cimento-resina composta.....	66
Figura 11 - Fotografia do torno mecânico modificado de Andreatta Filho et al. (2002).....	67

Figura 12 - Sequência da preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de tração com amostras reduzidas: a) conjunto cerâmica-cimento-resina composta e base metálica; b) conjunto cerâmica-cimento-resina composta fixado na base metálica; c) corte do conjunto cerâmica-cimento-resina composta; d) fatia obtida; e) corte da fatia para obtenção das amostras (área reduzida); f) amostra obtida.....	68
Figura 13 - Fotografia do paquímetro digital utilizado (vista aproximada) para mensuração da área adesiva.....	69
Figura 14 - Fotografia da máquina de ensaio universal EMIC.....	70
Figura 15 - Fotografia com vista aproximada do conjunto paquímetro adaptado – microamostra.....	71
Figura 16 - a) Fotografia da máquina metalizadora – evaporador MED 010 da Balzers; b) amostras antes da metalização; c) amostras metalizadas.....	72 73
Figura 17 - Fotografia do microscópio eletrônico de varredura.....	73
Figura 18 - Fotografia do aparelho utilizado para MEV e EDS.....	75
Figura 19 - Gráfico da distribuição dos valores de resistência de união ao redor da média, de acordo com o tipo de tratamento de superfície.....	77
Figura 20 - Gráfico das médias de resistência de união (Mpa).....	78
Figura 21 - Micrografia do modo de falha do G1e G2.....	79
Figura 22 - Micrografia do modo de falha do G3 e G4.....	80
Figura 23 - Micrografia das superfícies cerâmicas do G1.....	80
Figura 24 - Micrografia das superfícies cerâmicas do G2.....	81
Figura 25 - Micrografia das superfícies cerâmicas do G3.....	81
Figura 26 - Micrografia das superfícies cerâmicas do G4.....	81
Figura 27 - Espectro de raios-X de uma amostra do G1. A seta indica a presença de íon flúor.....	82
Figura 28 - Espectro de raios-X de uma amostra do G2.....	82
Figura 29 - Espectro de raios-X de uma amostra do G3.....	83
Figura 30 - Espectro de raios-X de uma amostra do G4.....	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Estatística descritiva dos dados de resistência de união (MPa) obtidos para os diferentes grupos.....	76
Tabela 2 - Demonstrativo ANOVA.....	77
Tabela 3 - Valores médios de resistência de união (MPa).....	78

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFL	- Ácido fluorídrico
SHF	- Ácido fluorídrico sulfúrico
PHA	- Ácido fosfórico
AHB	- Amônia bifluoreto hidrogênio
cm ³	- Centímetros cúbicos
cp	- Corpos-de-prova
DC	- Discos cerâmicos
MEV	- Microscopia eletrônica de varredura
FFA	- Flúor fosfato acidulado
EDS	- Espectroscopia dispersiva de elétrons
g	- Gramas
Kg	- Kilograma
Kgf	- Kilograma força
MPS	- <i>Metacryloxypropyltrimetoxi-Silane</i>
mm	- Milímetro
mm ²	- Milímetro quadrado
GPa	- Módulo de elasticidade
nº.	- Número
Pa	- Pressão atmosférica
Ra	- Rugosidade superficial
Kc	- Tenacidade de fratura
v	- Velocidade

LISTA DE SÍMBOLOS

Al	- Alumínio
Ca	- Cálcio
C	- Carbono
K	- Fósforo
°	- Graus
°C	- Graus Celsius
=	- Igual
j	- Joules
>	- Maior
+	- Mais
±	- Mais ou menos
®	- Marca registrada
MPa	- Megapaschoal
<	- Menor que
µm	- Micrômetro
nm	- Nanômetro
N	- Newton
O	- Oxigênio
%	- Porcentagem
pH	- Potencial hidrogênico
p	- Significância
Si	- Silício
Na	- Sódio
Tg	- Temperatura de glase
X	- Versus

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1 ADESÃO À CERÂMICA.....	21
2.2 CERÂMICA VM7.....	45
2.3 ENSAIOS MECÂNICOS.....	46
3 PROPOSIÇÃO	56
4 METODOLOGIA	57
4.1 MATERIAL.....	57
4.2 MÉTODO.....	58
4.2.1 Obtenção dos Blocos de Resina Composta.....	61
4.2.2 Cimentação dos Blocos.....	65
4.2.3 Corte dos Conjuntos Cerâmica-Cimento-Resina Composta e Obtenção dos Corpos-de-prova.....	66
4.2.4 Ensaio de Tração.....	69
4.2.5 Análise por Microscopia Óptica.....	71
4.2.6 Análise Topográfica por Microscopia Eletrônica de Varredura....	71
4.2.6.1 Do modo de falha das amostras reduzidas.....	71
4.2.6.2 Da topografia cerâmica dos diferentes grupos.....	73
4.2.7 Análise Química de Superfície Via MEV+EDS.....	74
4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	75
5 RESULTADOS	76
5.1 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO.....	76
5.2 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓPTICA.....	79
5.3 ANÁLISE TOPOGRÁFICA POR MEV.....	79
5.4 ANÁLISE QUÍMICA DA SUPERFÍCIE VIA MEV E EDS.....	81
6 DISCUSSÃO	84
6.1 ENSAIO MECÂNICO.....	84
6.2 PROTOCOLO DE ADESÃO.....	87
6.3 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO.....	89

6.4 ANÁLISE TOPOGRÁFICA POR MEV.....	92
6.5 ANÁLISE QUÍMICA DA SUPERFÍCIE VIA MEV E EDS.....	93
7 CONCLUSÃO.....	95
REFERÊNCIAS.....	96
ANEXOS.....	102
ANEXO A – ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	103

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas têm evoluído nas últimas décadas, tornando seu uso constante para o cirurgião-dentista. As propriedades vantajosas como: a reprodução das características ópticas do elemento dentário, estabilidade química, alta resistência à compressão e biocompatibilidade fazem com que constituam o material de eleição em trabalhos restauradores estéticos (ANUSAVICE, 2005; VAN NOORT, 2002).

A literatura pertinente incentiva a expansão de pesquisas relacionadas ao mecanismo de união entre cerâmicas odontológicas e cimentos resinosos, já que estes 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 (BOTTINO et al., 2002; PRAKKI; CARVALHO, 2001; ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN, 1998).

A efetividade das restaurações de cerâmica pura 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, 2002; MATINLLINA; VALLITU, 2008).

A microestrutura das cerâmicas odontológicas permite tratamentos da superfície interna que otimizam a cimentação. Quanto aos tipos de tratamentos de superfície, as cerâmicas se classificam em: 1) cerâmicas ácido-sensíveis – são aquelas sobre as quais o ácido fluorídrico (AFL) produz um padrão retentivo adequado, viabilizando a união cerâmica/agente cimentante (cerâmicas feldspáticas, leucíticas e à base de dissilicato de lítio); 2) cerâmicas ácido-resistentes – aquelas que são submetidas a pouca ou nenhuma ação do AFL, possibilitando assim, união micromecânica limitada (cerâmicas densamente sinterizadas, aluminizadas infiltradas por vidro, à base de zircônio e ítrio) (VALANDRO et al., 2005).

As cerâmicas feldspáticas, largamente utilizadas nas restaurações indiretas e facetas laminadas, 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). Em 2004, surgiu

na Europa uma cerâmica feldspática classificada em vítrea bifásica, da empresa Vita Zahnfabrik denominada de VM7 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).

O condicionamento com AFL na cerâmica feldspática altera de forma significativa a morfologia superficial da cerâmica, promovendo irregularidades na superfície pela dissolução seletiva da matriz vítrea que é representada por microporos retentivos, fendas e sulcos (OZCAN; VALLITU, 2003). O número, a forma e o tamanho desses microporos têm sido associados a um aumento da resistência de união entre o agente cimentante e a superfície cerâmica (STANGEL; NATHANSON; HSU, 1987) e a presença dos mesmos facilitará a penetração do agente de união (CHEN; MATSUMURA; ATSU, 1998b; CORRER SOBRINHO et al., 2004; LEITE, 2005).

Além das irregularidades na superfície cerâmica, o condicionamento com AFL promove a formação dos precipitados ácidos (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al) que ficarão localizados na entrada dos microporos (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001). A presença dos mesmos pode causar uma diminuição da resistência de união, entre a cerâmica e o agente cimentante, e levar a falha clínica da restauração (PHOENIX; SHEN, 1995). Procedimentos adicionais podem otimizar essa união, como a eliminação do excesso de ácido e de precipitados ácidos na superfície cerâmica (LEITE, 2005; MAGNE; BELSER, 2003; MAGNE; CASCIONE, 2006; SAAVEDRA, 2006).

O sucesso e a longevidade das restaurações, realizadas com materiais cerâmicos, estão intimamente relacionados com o tratamento superficial submetido na pré-cimentação e com a cimentação propriamente dita (BRENTTEL, 2007; MAGNE; CASCIONE, 2006; STEWART; JAIN; HODGES, 2002).

Observa-se também que a formação de precipitados ácidos na superfície cerâmica diminuem a força de união entre o substrato cerâmico e o cimento resinoso (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; LEITE, 2005; SAAVEDRA, 2006). Dessa forma, pode-se realizar a eliminação desses precipitados ácidos por meio da limpeza sônica com diferentes soluções como água destilada, acetona e álcool (LEITE, 2005; KAMADA; YOSHIDA; ATSUTA, 1998; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000).

Na busca literária, não foram encontrados trabalhos que comparassem o efeito de diferentes soluções utilizadas na remoção do precipitado do AFL sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso, sendo

esse o motivo pelo qual surgiu o interesse de realizar esta investigação e comprovar os resultados.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 ADESÃO À CERÂMICA

A viabilidade do condicionamento da cerâmica e a resistência de união da cerâmica condicionada à resina composta foram avaliadas por Simonsen e Calamia (1983), por meio do condicionamento da superfície de 20 discos de cerâmica unidos à liga metálica não preciosa por 0, 2,5, 5, 10 e 20 minutos com AFL a 7,5%. Após lavagem e secagem, as superfícies foram cobertas com uma camada de resina composta à superfície da cerâmica. Os corpos-de-prova (cp) foram submetidos ao ensaio de tração numa máquina de ensaio universal "Instron". A resistência de união aumentou com o tempo de condicionamento, variando de 0,6 Megapascal (MPa) na cerâmica não condicionada a 7,5 MPa com os 20 minutos de condicionamento. O estudo ultra-estrutural de varredura permitiu observar porosidade superficial quando realizado o condicionamento, ocorrendo falhas adesivas nos cp que não foram condicionados e falhas coesivas tanto na cerâmica quanto na resina composta quando a cerâmica foi condicionada. Embora os valores de resistência de união obtidos neste estudo tenham sido significantes para a fixação de restaurações cerâmicas, os autores sugeriram a realização de estudos intensivos para determinar o tempo de condicionamento ideal.

O efeito de dois agentes de silanização comercialmente disponíveis sobre a resistência de união à tração da superfície da cerâmica condicionada foi verificado por Calamia e Simonsen (1984), por meio de 40 amostras de cerâmica unidas a uma liga metálica não preciosa, divididas em quatro grupos. Nos grupos 1, 2 e 3, foram realizados o condicionamento com solução contendo AFL e ácido sulfúrico, seguido da lavagem e secagem. No grupo 1, as amostras foram cobertas com uma camada de resina sem carga e unidas a um cilindro de resina composta. Nos grupos 2 e 3, as amostras foram tratadas com dois diferentes agentes de silanização, antes da união à resina composta. No grupo 4, as amostras não foram condicionadas, tendo a cerâmica o mesmo tratamento do grupo 3. As amostras foram levadas à máquina de ensaio universal "Instron" e submetidas ao ensaio de tração. As médias de

resistência de união à tração obtidas foram de 11,4 MPa para o grupo 1, 11,1 MPa para o grupo 2, 14,1 MPa para o grupo 3 e de 8,1 MPa para o grupo 4. Os autores concluíram que o condicionamento ácido da superfície da cerâmica foi o fator de maior resistência de união e ressaltaram que melhores resultados foram obtidos combinando o condicionamento ácido com o agente de silanização.

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[®] com 10 X 2 mm. 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) grupo 1 – controle, sem tratamento; b) grupo 2 – ácido fosfórico por 60 segundos seguido de lavagem por 10 segundos; c) grupo 3 – mesmo procedimento do grupo 2, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos; d) grupo 4 – AFL por 60 segundos e lavagem por 10 segundos; e) grupo 5 – mesmo procedimento do grupo 4, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos. Cada grupo foi dividido em três subgrupos para aplicação de um agente silano experimental e dois comerciais, Porcelain Liner M[®] e Tokuso Ceramic Primer[®], os quais foram aplicados na superfície da cerâmica por 60 segundos e secos com jato de ar por 10 segundos. Um molde de silicona com 3,2 X 2 mm foi posicionado sobre a superfície tratada e preenchida com resina composta Laminabond Composite Paste Universal[®]. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24 horas e submetidas ao teste de cisalhamento com velocidade de 2 mm/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.

Swift, Walls e McCabe (1995) investigaram os efeitos da contaminação da superfície cerâmica na resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso dual. Foram estudados também os efeitos de diferentes regimes de limpeza da superfície cerâmica. Trezentos e noventa discos cerâmicos (Microbond, Nobelpharma, Harrow) foram condicionados com AFL 7,5% (Ceram-etch; Gresco, Stafford, Texas) por 8 minutos e lavados com água destilada em cuba ultra-sônica por 2 minutos. Depois de secos, o agente silano (Scotchprime; 3M, USA) foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, os discos cerâmicos foram divididos em 13 grupos (n = 30): 1) grupo controle sem contaminação); 2) discos cerâmicos (DC) contaminados por saliva; 3) DC contaminados por gesso; 4) DC contaminados pelo látex da luva; 5); 6 e 7) DC contaminados por saliva seguidos de três tipos de limpeza, respectivamente: lavagem com *spray* ar/água por 20 segundos + secagem com ar comprimido por 20 segundos e reaplicação do agente silano; fricção com compressas de gase embebida com acetona + reaplicação do agente silano; aplicação de gel do ácido fosfórico a 37% sobre a superfície contaminada + lavagem com água por 15 segundos + secagem com ar por 20 segundos + reaplicação do agente silano; 8, 9 e 10) DC contaminados por gesso e seguidos de um dos três tipos de limpeza citadas para os grupos 5, 6 e 7); grupos 11, 12 e 13) DC contaminados pelo látex da luva, seguidos de um dos três tipos de limpeza citados para os grupos 5, 6 e 7), respectivamente. Os discos cerâmicos foram cimentados e estocados em água destilada 37°C por 24 horas. A resistência de união ao cisalhamento foi medida. A análise de *Weibull* e análise de variância foram aplicadas para obtenção dos resultados. A contaminação pela saliva e luva não interferiu significativamente nos valores de resistência de união. A contaminação por gesso reduziu os valores de resistência de união e a limpeza não pode restaurá-los. A limpeza com água/ar e ácido fosfórico não melhorou nem reduziu significativamente, os valores de resistência de união para os espécimes contaminados. A limpeza com acetona produziu redução significativa na resistência de união entre a cerâmica e cimento resinoso em todas as condições experimentais. Os autores sugeriram a possibilidade de a acetona ter interagido com *debris* orgânicos presentes na superfície cerâmica, diminuindo os valores de resistência de união.

Os fatores que afetam a confiabilidade das uniões por intermédio de cimentos resinosos foram revistos por Söderholm e Reetz (1996). Segundo os autores, vários fatores determinaram a qualidade da união: a) resistência do substrato; b) habilidade da resina em “molhar” a superfície do substrato; c) qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato; d) resistência da resina polimerizada; e) tensões induzidas na resina durante a polimerização; qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina. Enfatizaram que a superfície lisa do substrato não contribui para a retenção mecânica, sendo que o condicionamento ácido forma retenções na superfície onde o agente de união pode penetrar e formar uma união mecânica. Os autores relataram que o sucesso da adesão depende da maneira que o agente de união infiltra pela superfície dentinária e pelo substrato. Os tratamentos que tornam a superfície organofílica potencializaram a união pelo aumento da infiltração do agente de união nas irregularidades, o que foi conseguido pela aplicação do silano na superfície cerâmica. O silano pode formar ligações químicas entre a cerâmica e o cimento resinoso, sendo chamado de *primer* cerâmico.

Com o objetivo de avaliar o efeito de diferentes tempos de condicionamento ácido na microestrutura da cerâmica Cerec 2[®] e na resistência de união entre esta e a resina composta, Chen, Matsumura e Atsuta (1998a) confeccionaram 54 amostras retangulares (10 X 8 X 2,5 mm) e 48 amostras cilíndricas (8 X 2,5 mm) da cerâmica, divididas em seis grupos de nove unidades retangulares e oito cilíndricas. Após o desgaste com lixa de granulação 600, as superfícies a serem unidas foram condicionadas com AFL a 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 sônica 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 microscopia eletrônica de varredura (MEV). Uma fita adesiva com orifício de 5 mm de diâmetro foi fixada no centro de cada amostra retangular para padronizar a área de união e a espessura de 50 µm 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 5 N. O excesso de cimento foi removido e realizado a fotoativação em duas direções opostas por 40 segundos cada. Os cp foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao ensaio de

cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/minuto. A MEV 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 (43 MPa). O condicionamento por 180 segundos, entretanto, resultou em diminuição da resistência de união (40 MPa), não sendo estatisticamente diferente do grupo condicionado por 120 segundos. Nos grupos 4, 5 e 6, as falhas foram predominantemente coesivas na cerâmica. Com base nos resultados, os autores concluíram que os valores de resistência de união corresponderam diretamente às mudanças microestruturais na superfície da cerâmica condicionada pelo ácido. Os valores de resistência de união maiores que 30 MPa foram encontrados quando a porcelana foi tratada com AFL a 5% por um tempo maior que 30 segundos.

Promovendo a combinação do uso de condicionamento e silano na resistência de união entre cerâmica e resina composta por meio de diferentes agentes condicionadores e tempos de condicionamento, Chen, Matsumura e Atsu (1998b) confeccionaram 108 discos da cerâmica VMK 68[®] com 10 X 2,5 mm. Esses foram polidos com lixa de granulação 600, e divididos em três grupos: a) grupo 1 – sem tratamento de superfície (grupo controle), sendo metade das amostras tratadas com Clearfil New Bond[®] e, a outra metade, com o Clearfil Porcelain Bond[®]; b) grupos 2 e 3 – divididos em seis subgrupos com 16 amostras cada, sendo aplicado o AFL a 2,5% e a 5%, respectivamente, pelos tempos de 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. Na metade das amostras de cada subgrupo foi aplicado um agente de união autopolimerizado sem silano (Clearfil New Bond[®]) e, na outra metade, o agente de união com silano (Clearfil Porcelain Bond[®]). Posteriormente, uma matriz com 6 mm de diâmetro e 2 mm de altura foi posicionada sobre a área tratada e preenchida com resina composta Clearfil APX[®] e fotoativada. Os cp foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/minuto. Os resultados mostraram que a resistência de união foi influenciada pelo silano, pela concentração do ácido e pelo tempo de condicionamento ácido. E também pela interação: a) concentração do ácido X tempo de condicionamento; b) concentração do ácido X silano; c) tempo de condicionamento X silano ($p < 0.05$). Já para a interação entre os

três não houve diferença ($p = 0.3$). Para o ácido com concentração de 2,5%, os resultados indicaram que o condicionamento ácido aumentou significativamente a resistência de união para o grupo não silanizado e o maior valor de resistência foi de 35,4 MPa para o tempo de 150 segundos. Para o grupo que não recebeu condicionamento ácido, o uso do silano foi efetivo para promover um aumento na resistência adesiva. O condicionamento ácido seguido da silanização aumentou a resistência de união, exceto para o tempo de 90 e 150 segundos. Os valores de resistência de união variaram entre 33,4 a 37,4 MPa para o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silanização. O tempo de condicionamento ácido não foi estatisticamente significativo. Para o ácido com concentração de 5%, os valores de resistência de união foram influenciados pelo agente de união ($p = 0.0001$), pelo tempo de condicionamento ($p = 0.0001$) e pela interação entre eles ($p = 0.0001$). A diferença nos valores de resistência de união entre o grupo que só recebeu o condicionamento ácido e o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silano foi maior para essa concentração ácida. Os maiores valores de resistência de união foram também para o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silanização. Para as duas concentrações ácidas, a superfície tratada por mais de 60 segundos apresentou-se mais rugosa que aquela condicionada por 30 segundos.

A ação do AFL e do flúor fosfato acidulado (FFA) na superfície de uma cerâmica feldspática à base de leucita foi avaliada em MEV por Della Bona e Van Noort (1998). Os autores utilizaram o sistema cerâmico Vita VMK68[®] para a confecção de 16 discos cilíndricos que foram embutidos em resina epóxica e polidos com borrachas adiamantadas, cujas superfícies, em duplicata, receberam um dos seguintes tratamentos: 1) AFL 9,6% por 10 segundos; 2) AFL 9,6% por 2 minutos (recomendação do fabricante); 3) FFA 4% 1 minuto; 4) FFA 4% 2 minutos (recomendação do fabricante); 5) limpeza ultra-sônica, jateamento (Micro Etcher[®]) mais AFL por 2 minutos; 6) jateamento (Micro Etcher[®]) mais FFA por 2 minutos; 7) asperização com ponta adiamantada mais AFL por 2 minutos; 8) asperização com ponta adiamantada mais FFA por 2 minutos. Todos os espécimes foram limpos em ultra-som com água destilada; as superfícies tratadas foram examinadas por MEV. O efeito do AFL por 10 segundos mostrou maior reação com a fase cristalina do que com a matriz, sendo a presença de retenção micromecânica maior após a aplicação de AFL por 2 minutos na cerâmica polida, com remoção da leucita e dissolução da matriz vítrea. A superfície abrasionada com ponta adiamantada antes do AFL

apresentou muitas fissuras. A aplicação do FFA sobre a superfície polida produziu múltiplos depósitos e aglomerados, sugerindo sua reação com os defeitos da cerâmica e exposição dos cristais de leucita, com pequeno efeito sobre a matriz vítrea. Foram observadas microfraturas ao redor da leucita na matriz vítrea, provavelmente por causa da contração associada à transformação da forma cúbica da Leucita para a tetragonal. A asperização ou o jateamento geraram uma topografia similar. O uso do AFL por 2 minutos produziu um padrão retentivo, com maior perda de estrutura. O condicionamento com FFA mostrou uma combinação de dissolução da superfície e precipitação (deposição sobre os cristais de leucita ou dissolução da matriz vítrea com maior exposição dos cristais de leucita). Demonstraram que os ácidos avaliados reagiram de forma muito distinta com a superfície da cerâmica feldspática à base de leucita: o AFL 9,6% produziu retenções micromecânicas por dissolução independentemente do tratamento superficial prévio e o FFA a 4% aumentou a rugosidade superficial, de forma superposta ao tratamento prévio.

Em 1998, Kamada, Yoshida e Atsuta demonstraram ser o agente silano essencial para obtenção de resistência adesiva ao cisalhamento entre quatro cimentos resinosos (Super-Bond C & B[®], Panavia 21[®], Clapearl Universal[®] e Vita Cerec Duo Cement[®]) e uma cerâmica CAD/CAM (Cerec 2 Vitablocs Mark II[®]). Avaliaram quatro tratamentos na superfície cerâmica: 1) grupo controle – os espécimes cerâmicos foram abrasionados com borracha de silicone e foi realizada limpeza sem cuba ultra-sônica com solução de acetona 99,5% por 5 minutos; 2) igual ao grupo controle mais aplicação de ácido fosfórico a 37% por 60 segundos e lavagem por 5 segundos após; 3) igual ao grupo controle mais aplicação do agente de adesão silano por 30 segundos e secagem por 5 segundos; 4) igual ao grupo controle mais condicionamento com ácido fosfórico (PHA), lavagem, secagem e aplicação do agente silano. Os espécimes de Cerec 2[®] foram tratados com os quatro tipos de tratamento de superfície e cimentados com os quatro agentes cimentantes. Metade dos espécimes foi estocada em água e a outra metade termociclada antes do teste de cisalhamento. A combinação do condicionamento com ácido fosfórico associada à aplicação do agente silano mostrou os mais altos valores de resistência de união dos cimentos resinosos à cerâmica Cerec 2[®] depois da termociclagem.

O efeito do condicionamento com AFL e aplicação do silano sobre a resistência de união das cerâmicas feldspáticas GC[®] e PVS[®], assim como a topografia formada na superfície das cerâmicas pela ação do AFL foi avaliado por

Jardel et al. (1999). Foram confeccionados 80 discos de cada cerâmica com 4 X 20 X 5 mm. A superfície das cerâmicas foi desgastada com discos abrasivos de granulação 220, formando uma superfície plana e dividida aleatoriamente em quatro grupos que receberam os seguintes tratamentos: a) grupo 1 – sem tratamento; b) grupo 2 – condicionamento com AFL a 10% (Symphyse[®]) por 5 minutos; c) grupo 3 – aplicação do silano Silicoup[®]; d) grupo 4 – condicionamento e silanização. As amostras foram unidas aos pares com o adesivo Super-Bond[®] e armazenadas em estufa a 37°C, ambiente com 100% de umidade relativa. Após uma hora, foram submetidas ao teste de resistência à tração. Em 10 amostras de cada cerâmica foi verificada a característica da topografia da superfície por meio da medição da rugosidade tridimensional empregando o MEV conectado ao computador IBM[®]. A cerâmica GC[®], sem tratamento de superfície, apresentou os menores valores médios de resistência à tração (8,3 MPa), sendo que o condicionamento foi menos efetivo (11,6 MPa) que a silanização (19,6 MPa) e associação do condicionamento com a silanização resultou nos maiores valores (21,7 MPa). Para a cerâmica PVS[®], todos os valores de resistência foram menores do que os obtidos com a cerâmica GC[®]. O não tratamento também resultou no menor valor médio de resistência de união (6,1 MPa), sendo que o condicionamento (11,2 MPa) foi eficiente como a silanização (12,4 MPa), e a combinação dos dois tratamentos aumentou a resistência de união (14,6 MPa). Em relação à topografia da superfície, o condicionamento ácido aumentou a rugosidade em 40% para a cerâmica GC[®] e em 69% para a PVS[®] em comparação com a superfície polida, isto porque a cerâmica PVS[®] contém mais fase vítrea que a GC[®]. Os autores concluíram que o tratamento superficial mais efetivo para as cerâmicas testadas foi a combinação AFL e silano.

Peumans et al. (1999) analisaram a ultra-estrutura das interfaces adesivas resina/cerâmica e resina/estrutura dentária. Quatro discos da cerâmica feldspática (GC Cosmotech Porcelain, GC, Tokyo, Japan) foram fabricados e limpos em cuba ultra-sônica com água destilada por 10 minutos, previamente ao condicionamento de superfície. Em seguida, os espécimes foram submetidos aos seguintes tratamentos: 1) sem tratamento; 2) condicionamento com AFL 9,5% por 60 segundos, lavagem com *spray* ar/água e secagem com ar comprimido; 3) mesmo procedimento anterior seguido de limpeza sônica com água destilada por 10 minutos e secagem com ar comprimido; 4) mesmo procedimento do espécime 3, seguido de silanização. Todos

os espécimes foram observados em MEV. Em adição, o efeito do condicionamento ácido da superfície dentária preparada de quatro dentes anteriores, foi determinado. Todas as superfícies dentárias sofreram os seguintes protocolos: condicionamento com PHA 35% por 20 segundos, lavagem com *spray* ar/água por 15 segundos e secagem por 1-2 segundos, aplicação do sistema adesivo (Scotchbond Multipurpose – 3M). As superfícies cerâmica e dentária foram unidas com o agente fotopolimerizável (Opal Luting Composite 3M) seguindo as recomendações do fabricante. As interfaces cerâmica/agente resinoso e dente/agente resinoso foram analisadas em MEV. Nos resultados, as imagens em MEV da interface dente/agente resinoso/cerâmica mostraram um forte intertravamento do agente resinoso com a cerâmica, e do agente resinoso com a superfície dentária, devido ao tratamento das superfícies. Após condicionamento com AFL por 60 segundos, as superfícies cerâmicas, vistas em MEV, apresentaram microestrutura amorfa, com numerosos microporos. A limpeza sônica permitiu a remoção de fragmentos/precipitados que estavam presentes na superfície cerâmica, aumentando os sulcos e alargando os microporos da superfície condicionada. Os autores sugeriram que a adesão cerâmica/agente resinoso/superfície dentária promovida pela efetiva união poderia explicar a alta retenção e os baixos índices de fratura observados, *in vivo*, quando facetas cerâmicas são utilizadas para restaurar a estrutura dentária.

Avaliando o efeito do condicionamento e jateamento na resistência de união de uma cerâmica feldspática e uma resina acrílica, Kato, Matsumura e Atsuta (2000) utilizaram 80 pares de discos cerâmicos (VMK 68[®]) (10 X 2,5 mm; 8 X 2,5 mm) jateados com óxido de alumínio ou condicionados com cinco substâncias: 1) gel amônia bifluoreto hidrogênio (AHB), 2) FFA, 3) gel de AFL a 5%, 4) gel PHA a 40%, 5) ácido fluorídrico sulfúrico (SHF) na preparação da superfície da cerâmica. A superfície dos discos foi retificada com uma série de papel abrasivo (SiC[®]) (n^{os}. 320, 400, 600, 800 e 1000). Dez pares de discos polidos com papel abrasivo n^o. 1000 foram usados como controle (Grupo 1). Outros 10 pares foram jateados com 50 µm de óxido de alumínio por 5 segundos, com pressão de 0,4 MPa (Grupo 2). Cinco grupos (Grupos 3-7) foram condicionados com AHB, FFA, AFL, PHA e SHF por 60 segundos, respectivamente, lavados com água por 30 segundos, limpos em cuba ultra-sônica com etanol e secos a ar. O restante dos 10 pares de discos (Grupo 8) foi condicionado com FFA por 10 minutos. Esse grupo foi reservado para posterior comparação. A metade dos espécimes (oito conjuntos de cinco pares) foi testada

para resistência de união durante 24 horas. Os oito conjuntos foram em seguida, colocados no aparelho de termociclagem com ciclos entre 4°C e 60°C de água com um minuto de tempo de espera por banho por 5000 ciclos. Os valores de cada grupo foram comparados pela análise fatorial de variação, ANOVA e, para o valor de significância estatística, *Tukey-Kramer*. A resistência de união da resina acrílica à cerâmica antes e depois da termociclagem nos resultados do teste de cisalhamento, exceto para o Grupo 8, indicou que a interação entre a preparação da superfície e a termociclagem não foi significativa ($f = 2.2$, $p = 0.0545$), enquanto a resistência de união foi afetada pela termociclagem ($F = 278.9$, $P = 0.0001$) e a preparação da superfície ($F = 84.6$, $P = 0.0001$). A resistência de união antes da termociclagem variou de 8.1 para 23.7 MPa. Os dois grupos, respectivamente, condicionados com SHF e AFL mostraram a maior magnitude de resistência de união, seguido pelo grupo condicionado com AHB, depois pelo Grupo 4. Depois do teste de cisalhamento (pré-termociclagem), três espécimes do Grupo 2 exibiram propagação de rachaduras dentro da cerâmica. Depois da termociclagem, os dois grupos condicionados com SHF e AFL mostraram resistências de união comparáveis de 15.2 e 15.5 MPa, seguido pelo Grupo condicionado com AHB. Os espécimes do Grupo 4 se desligaram antes do teste de cisalhamento. A propagação de rachaduras não foi observada nos espécimes de pós-termociclagem, e a maioria dos espécimes apresentou falha adesiva na interface da cerâmica e resina. A resistência de união reduziu como resultados da aplicação da termociclagem para todos os grupos ($P < 0.05$). Os autores concluíram que, embora períodos mais longos de condicionamento tenham elevado a resistência de união (pré-termociclagem) de 8.1 para 16.6 MPa, o FFA não foi especialmente eficaz para a combinação da cerâmica VMK[®] 68 e a resina acrílica.

Em um estudo *in vitro*, Canay, Hersek e Ertan (2001) avaliaram os efeitos do tratamento com FFA aplicado por 10 minutos e AFL aplicado por 1 e 4 minutos, na superfície de uma cerâmica feldspática (Ceramco II[®]). Foram confeccionados 24 discos, jateados com substância abrasiva e polidos com papel de carboneto e silicóna nº. 600 e armazenados em água a 37°C por um período de 24 horas. Os espécimes foram divididos em três grupos, sendo o Grupo I condicionado com gel FFA a 1,23% por 10 minutos, o Grupo II com solução de AFL a 9,5% por 1 minuto e o Grupo III com a mesma solução por 4 minutos. Depois do tratamento ácido, metade dos espécimes de cada grupo foi lavada com água e a outra metade sofreu

limpeza ultra-sônica e secos. A metade dos espécimes que foi lavada por dois métodos diferentes foi tratada com silano (Scotchprime®). Para caracterizar os efeitos de cada tratamento foi utilizado um microscópio de dispersão de energia. O condicionamento com FFA exibiu padrão superficial de porosidade, enquanto o condicionamento com AFL exibiu profundos canais, porosidades e precipitados na superfície e o tempo de condicionamento aumentou estes canais que se tornaram mais largos. A análise por espectrometria por energia dispersiva mostrou que precipitados cristalinos na superfície condicionada não foram solúveis na água, foram produtos de reação de Na, K, Ca, Al. Com base nos resultados, os autores concluíram que o AFL produziu maior porosidade de superfície que o gel de FFA. Porém, os precipitados remanescentes na superfície depois da aplicação do ácido, apenas foram removidos pela limpeza ultra-sônica e não pela simples lavagem.

Testando a hipótese de que o padrão da topografia superficial mudaria de acordo com o tipo de ácido, microestrutura e a composição da cerâmica, Della Bona e Anusavice (2002) realizaram uma análise qualitativa e quantitativa da microestrutura de 15 cerâmicas: Vita VMK® opaco, Vita Omega® opaco, Vita VMK95® dentina, Vita Omega® dentina, Vitadur Alpha®, Vitadur N® core, Vitadur N® dentina, Vita Hi-Ceram®, Mirage II Fiber®, Mirage®, Fortress®, Colorlogic®, IPS Classic® e Duceram LFC® por meio de MEV, difração óptica por raios-X, perfilômetro óptico, análise espectroscópica dispersiva de comprimento de onda. Esta é baseada em um tipo de esquema para correção de matriz que utiliza um conjunto de equações para modular a absorção de raios-X, o efeito do número atômico e a fluorescência de diferentes elementos das amostras. Quatro discos de 10 X 3 mm foram fabricados para cada tipo de cerâmica. Todas as amostras cerâmicas foram polidas com lixas d'água de 240 a 1200 e limpas em ultra-som com água destilada por 10 minutos. Os ácidos utilizados foram: a) AFL a 9.6%; b) FFA a 4%; c) ácido com gel de amônia a 10% e, para a utilização de cada um seguiu-se a recomendação do fabricante. A topografia de superfície produzida pelos três tipos de ácidos foi diferente. As irregularidades de superfície produzidas pelo AFL foram, na sua grande maioria, em forma de microporos. Esse tipo de topografia foi mais evidente para as cerâmicas leucíticas. Os cristais de leucita foram removidos pelo condicionamento ácido. A análise quantitativa demonstrou que houve um aumento considerável na rugosidade superficial para as cerâmicas condicionadas com AFL em todas as cerâmicas examinadas. Os autores concluíram que houve diferença na

microestrutura e na composição cerâmica, pois os mesmos são fatores controladores no desenvolvimento da retenção micromecânica produzida pelo condicionamento ácido. O mecanismo de condicionamento ácido foi diferente para os três ácidos sendo que o AFL produziu o padrão de condicionamento mais proeminente para todas as cerâmicas avaliadas.

Della Bona, Anusavice e Hood (2002) avaliaram duas hipóteses: a) o condicionamento com AFL produziria os maiores valores resistência de união ao cimento resinoso independentemente da microestrutura e da composição da cerâmica; b) o teste de tração seria apropriado para análise dessa união. Foram utilizados sete tipos de cerâmicas: Vitadur Alpha[®], Vitadur N Core[®], Vita Omega opaco[®], Vita Omega dentina[®], Fortress[®], Mirage II[®], Duceram LFC[®] e quatro tipos de tratamento de superfície: a) AFL a 9,6%; b) FFA a 4%; c) ácido com gel de amônia a 10%; d) um silano. Quarenta amostras de cada cerâmica foram confeccionadas e divididas em quatro grupos de 10, de acordo com o tipo de tratamento de superfície empregado. O cimento resinoso utilizado foi o Rely X[®] e a carga para cimentação foi de 0,73 N. Todas as amostras foram estocadas por 24 horas a 37°C antes do ensaio de tração ($v = 0,5$ mm/minuto). Foi realizada a análise do modo de falha por meio de microscopia óptica e eletrônica. Os valores de resistência de união variaram de 2,6 MPa para o grupo da cerâmica Duceram LFC[®] tratada com FFA até 11,4 MPa para o grupo da cerâmica Fortress[®] tratada com silano. A cerâmica Duceram LFC[®] tratada com qualquer um dos três tipos de ácidos produziu os menores valores de resistência de união. O uso do silano produziu valores de resistência superiores quando comparado a qualquer um dos três tipos de ácidos independentemente da cerâmica utilizada. Não houve diferença estatística para a cerâmica tratada com FFA e com o gel de amônia. O condicionamento com AFL produziu os maiores valores de resistência à tração para todas as cerâmicas utilizadas. A análise por MEV mostrou que todas as falhas ocorreram na zona adesiva. Os autores concluíram que o condicionamento com AFL foi mais efetivo que os outros dois ácidos. O uso do silano teve uma contribuição relevante para união da cerâmica com o cimento resinoso. O teste de tração mostrou-se adequado para testar a interface adesiva entre cimento e cerâmica, pois todas as falhas ocorreram na zona adesiva.

No estudo de Shimada, Yamaguchi e Tagami (2002) foi investigado o efeito do condicionamento ácido e da silanização na união entre um cimento resinoso (Panavia F[®]) e uma cerâmica vítrea (Olympus Castable Cermics[®]). Para tal

foram estabelecidos seis grupos: a) Grupo 1 – sem tratamento; b) Grupo 2 – acabamento e polimento da superfície com borrachas abrasivas e ponta diamantada, com posterior limpeza da mesma em ultra-som; c) Grupo 3 – aplicação de AFL a 16,8% durante 5 segundos; d) grupo 4 – aplicação de AFL a 16,8% durante 30 segundos; e) grupo 5 – aplicação de PHA 40% por 5 segundos; f) grupo 6 – aplicação de PHA 40% por 30 segundos. Em seguida, procederam a cimentação com o sistema adesivo, cimento resinoso Panavia F[®] com e sem o uso de silano. O teste mecânico utilizado foi o de microcisalhamento. Os resultados mostraram que o uso do silano aumentou a resistência de união entre cerâmica e o cimento. O uso do teste de microcisalhamento, ao invés do teste de microtração, foi justificado pelos autores, comentando que este último é muito efetivo na avaliação de resistência adesiva, porém, não foi utilizado devido à dificuldade na confecção dos cp para a microtração e ao tempo gasto para tal.

Stewart, Jain e Hodges (2002) utilizaram 480 discos de cerâmica de baixa fusão Ceramco II[®] com 10 X 4 mm para avaliar a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e quatro diferentes cimentos resinosos (Nexus[®], Panavia 21[®], Rely XTM ARC[®] e Calibra[®]) imediatamente e após seis meses da cimentação, variando o tipo de tratamento de superfície da cerâmica. Os discos foram polidos com lixas d'água de 400 e 600. Em seguida, foi aplicado PHA a 37% por 1 minuto em todos os discos para promover uma limpeza de superfície. Os espécimes já polidos foram divididos em seis grupos (n = 80): Grupo 1 – controle, sem tratamento; Grupo 2 – jateamento com partículas de Al₂O₃ de 50 µm por 3 segundos; Grupo 3 – aplicação do silano de cada fabricante do cimento; Grupo 4 – jateamento como no grupo 2 mais aplicação silano como no grupo 3; grupo 5 – AFL a 9,6% por 5 minutos, lavagem por 5 segundos e secagem por 10 segundos; Grupo 6 – condicionamento ácido assim como no grupo 5 e aplicação do silano assim como no grupo 3. Cada um dos seis grupos foi dividido em quatro subgrupos (n = 20): a) Grupo 1 – Nexus[®]; b) Grupo 2 – Panavia 21[®]; c) Grupo 3: Rely XTM ARC; d) grupo 4 – Calibra[®]. A recomendação do fabricante de cada cimento foi seguida para a manipulação. Todos os espécimes foram imediatamente submersos em solução salina isotônica (pH 7,5). Após 24 horas, 10 espécimes de cada subgrupo foram testados e os outros 10,6 minutos depois. O ensaio de cisalhamento foi realizado sob velocidade de 5 mm/minuto em uma máquina de ensaio universal Instron.

Realizou-se a análise topográfica do condicionamento da superfície com MEV (1000X) de três espécimes de cada grupo. O condicionamento com AFL seguido da aplicação do silano produziu os maiores valores de resistência ao cisalhamento ($15,0 \pm 7,4$ a $21,8 \pm 5,8$ MPa) para os quatro cimentos usados nos dois tempos de armazenagem: 24 horas e seis meses ($p < 0.01$). O jateamento com óxido de alumínio produziu os menores valores de resistência ao cisalhamento (0 a $4,0 \pm 3,5$ MPa). A MEV mostrou que o condicionamento com AFL produziu um padrão topográfico com vários microporos e irregularidades. Os autores concluíram que o uso do condicionamento com AFL mais silano foi o mais efetivo tratamento de superfície para cerâmica Ceramco II[®] para os quatro cimentos testados.

Della Bona et al. (2004) analisou o efeito de três ácidos sobre diferentes tipos de cerâmica, testando a hipótese de que o tratamento com AFL produziria a maior média de rugosidade superficial (Ra) nos tipos de cerâmicas testadas. Espécimes de um vidro monofásico (Duceram LFC[®] [LC]), duas cerâmicas feldspáticas (Ceramco II[®] [C2]; VMK95[®] [VD]) e duas injetáveis sob calor, uma à base de leucita (IPS Empress[®] [E1]) e outra à base de dissilicato de lítio (IPS Empress 2[®] [E2]) foram fabricados e polidos até a lixa 1200 e divididos em quatro grupos ($n = 10$) para os seguintes tratamentos de superfície: a) AP – sem tratamento (controle); b) FFA a 4% (Mirage[®]) por 2 minutos; c) AHB a 10% (Dentsply[®]) por 1 minuto; d) AFL a 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, FFA – 101, AHB – 456, AFL – 982; b) C2: AP – 85, FFA – 175, AHB – 317, AFL – 704; c) VD: AP – 95, FFA – 120, AHB – 197, AFL – 1390; d) E1: AP – 117, FFA – 159, AHB – 646, AFL – 799; e) E2: AP – 184, FFA – 194, AHB – 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. A MEV confirmou essa tendência revelando superfícies mais irregulares após a aplicação de AFL.

Com o objetivo de avaliar o efeito de vários tratamentos de superfície sobre a resistência de união entre uma cerâmica injetável à base de leucita e um cimento resinoso, Saraçoğlu, Cura e Göttert (2004) confeccionaram 198 amostras de IPS Empress[®] que foram divididas aleatoriamente em nove grupos ($n = 22$). Vinte amostras de cada grupo foram ensaiadas e as outras duas foram preparadas para

serem analisadas em MEV. Os nove grupos do estudo foram os seguintes: a) G1 – condicionamento com AFL 4,9% por 10 segundos; b) G2 – condicionamento com AFL 4,9% por 20 segundos; c) G3 – condicionamento com AFL 4,9% por 40 segundos; d) G4 – condicionamento com AFL 9,5% por 10 segundos; e) G5 – condicionamento com AFL 9,5% por 20 segundos; f) G6 – condicionamento com AFL 9,5% por 40 segundos; g) G7 – condicionamento com ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos; h) G8 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm; i) G9 – asperização com ponta diamantada. Em seguida todas as amostras foram limpas com jato de ar/água e colocadas com ultra-som com água destilada por 10 minutos. Todas as amostras foram silanizadas e em seguida procedeu-se a cimentação adesiva. As amostras foram armazenadas em água destilada por um mês até a realização do ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que houve uma diferença estatística significativa entre as médias de resistência de união dos grupos. O valor mais baixo foi obtido pelo grupo condicionamento com ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos ($12,6 \pm 2,0$ MPa). Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos tratados com AFL, sendo o grupo 6, condicionamento com AFL 9,5% por 40 segundos o que apresentou os maiores valores de resistência de união. O jateamento com óxido de alumínio 50 µm e asperização com broca foram mais eficientes que o condicionamento com ácido ortofosfórico a 40% por 40 segundos. O condicionamento com AFL foi mais efetivo independentemente da concentração e do tempo de condicionamento. A análise pela MEV revelou diferenças nos padrões topográficos entre os grupos do condicionamento ácido. Os autores concluíram que o condicionamento com AFL produziu os maiores valores de resistência de união que os outros métodos. Os valores de resistência de união foram diretamente proporcionais a um aumento de tamanho e profundidade dos poros. O condicionamento com AFL 9,5% por 40 segundos obteve os maiores valores de resistência de união em comparação aos outros métodos e as outras concentrações e tempos de condicionamento ácido.

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 μm . 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 a 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, secadas e o silano foi aplicado deixando-o evaporar. Foram aplicadas duas camadas finas de adesivo (Single Bond[®]), seguido da aplicação de camadas de 2 mm 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 cp em forma de barras ($n = 30$), com área adesiva média de 1,04 mm^2 . Os cp 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 1.0 $\text{mm}/\text{minuto}^{-1}$, 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) se propôs em seu trabalho avaliar duas hipóteses: a) diferentes tempos de condicionamento com AFL não influenciariam nos valores de resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso; b) a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do AFL formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, independentemente do tempo de condicionamento, aumentaria os valores de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso. Foram confeccionados 48 blocos cerâmicos (VM7[®]), os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master[®]). Os blocos foram divididos em seis grupos ($n = 8$) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: a) G1 – aplicação do AFL 10% por 20 segundos; b) G2 – AFL 10% por 1 minuto; c) G3 – AFL

10% por 2 minutos; d) G4 – AFL 10% por 20 segundos + ultra-som com água destilada por 4 minutos; e) G5 – AFL 10% por 1 minuto + ultra-som com água destilada por 4 minutos; f) G6 – AFL 10% por 2 minutos + ultra-som com água destilada por 4 minutos. Em seguida, cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso Rely X™ ARC sob carga constante de 750 g. Após armazenagem (água destilada sete dias a 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 1,0 mm/minuto. Os valores de resistência de união e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: G1: 16,2 ± 3,48; G2: 14,7 ± 1,2 G3: 17,8 ± 3,9; G4: 19,4 ± 4,2; G5: 19,2 ± 0,8; G6: 20,0 ± 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 *Two-way* 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.

Conforme descrito por Garófalo (2006), todo o processo de condicionamento de peças protéticas deveria ser realizado posteriormente à prova clínica das mesmas. Caso contrário, a superfície condicionada poderia ser alterada ou contaminada, diminuindo a força final de união. A única manobra de condicionamento realizada já no laboratório é o jateamento interno das peças com óxido de alumínio entre 50 e 100 μm para a limpeza e aumento da superfície interna de contato. O autor descreveu os passos a serem seguidos: 1) prova da peça; 2) lavagem da peça em água corrente ou em cuba ultrassônica; 3) aplicação do AFL gel 9% a 12% pelo tempo determinado pelo fabricante, que variam de 20 segundos a 2 minutos; 4) lavagem da peça em cuba ultra-sônica ou aplicação de jato de bicarbonato de sódio para remoção total e neutralização da ação do ácido; 5) secagem até obtenção de superfície branca e opaca; 6) aplicação do silano já hidrolizado por no mínimo 60 segundos e secagem; 7) aplicação de uma fina

camada de adesivo certificando-se da remoção de excessos que possam comprometer a adaptação da peça e polimerização por 20 segundos.

Magne e Cascione (2006) estudaram a influência da limpeza pós-condicionamento com AFL e dois tipos de porcelanas feldspáticas (D-B4, Creation[®]). Dezesesseis pares de blocos cerâmicos (7 X 8 X 4 mm) foram fabricados. Oito pares foram fabricados com cerâmica em troquéis refratários. Para quatro pares, os troquéis refratários foram revestidos com uma pasta (Ducera[®]) como uma porcelana de conexão, e os outros quatro foram cobertos com uma porcelana translúcida clara. Outros oito pares foram fabricados usando técnica de prensagem (SL B001). O condicionamento das superfícies cerâmicas incluiu abrasão com jato de óxido de alumínio seguido de condicionamento com AFL, lavagem com escova, PHA e imersão em banho ultra-sônico. Todos os espécimes foram silanizados, secos e os blocos da mesma cerâmica foram unidos com uma resina adesiva (Optibond FL[®]) e uma resina fotopolimerizável (Z100[®]). Os espécimes foram estocados em água por 24 horas. O teste de microtração foi aplicado (5,4 Kgf/minuto). Não houve diferença significativa na resistência adesiva entre cerâmicas fabricadas por meio do troquel refratário usando uma porcelana de conexão e as cerâmicas obtidas pelo processamento de prensagem. Para as cerâmicas obtidas pelo troquel refratário e que utilizavam uma pasta (Ducera[®]) em porcelana de conexão e as cerâmicas prensadas que não receberam limpeza e banho ultra-sônico pós-condicionamento, as médias de resistência de união foram inferiores. A microscopia ótica revelou uma significativa quantidade de resíduos em todos os grupos após condicionamento com AFL. Antes do banho ultra-sônico, foi realizada aplicação de ácido fosfórico 37,5% por 1 minuto seguido de lavagem com jatos de ar/água para remoção dos resíduos cristalinos. A análise pelo microscópio eletrônico de varredura dos espécimes limpos pelo PHA revelou depósitos microscópicos ainda presentes contaminando a superfície condicionada. Estes foram eficientemente removidos após limpeza em cuba ultra-sônica. Os autores concluíram que a resistência de união aumentou quando as cerâmicas foram obtidas pela técnica do troquel refratário utilizando uma porcelana translúcida como uma “porcelana de conexão” quando comparada com a utilização de uma pasta (Ducera[®]) como “porcelana de conexão”. As cerâmicas prensadas exibiram maiores médias de resistência adesiva, mas quando omitiram a limpeza sônica pós-condicionamento resultaram na menor resistência de união. A omissão de uma específica limpeza pós-condicionamento resultou em pobres

valores de resistência de união, já que o AFL gerou uma quantidade significativa de precipitados ácidos que contaminaram a superfície cerâmica. Os autores indicaram o seguinte protocolo de cimentação adesiva: AFL; limpeza ultra-sônica pós-condicionamento; sinalização e secagem.

Para verificar o efeito da neutralização e limpeza sônica do precipitado do AFL sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso, Saavedra (2006), avaliou três hipóteses: 1) o processo de neutralização influenciaria nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso; 2) a limpeza sônica dos precipitados do AFL aumentaria os valores de resistência de união; 3) a associação entre o processo de neutralização e a limpeza sônica melhoraria a resistência de união. Foram confeccionados 32 blocos cerâmicos (VM7[®]), 6 X 8 X 8 mm, os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master[®]). Cada bloco cerâmico, em uma de suas faces, foi condicionado por 20 segundos com AFL 10% (Dentsply[®]), seguido pela lavagem jato ar-água por 60 segundos e secagem. Os blocos de cerâmica foram selecionados aleatoriamente e divididos em quatro Grupos (n = 8): G1 – o silano (Porcelain Primer[®]) foi aplicado na superfície cerâmica; G2 – os blocos foram imersos por 40 segundos em solução supersaturada de bicarbonato de sódio, lavados jato ar-água por 60 segundos e secos antes da aplicação do silano; G3 – limpeza sônica por 4 minutos e silano; G4 – associação da neutralização e limpeza sônica, seguido da silanização. Posteriormente, cada bloco cerâmico já tratado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso Rely XTM ARC. Após armazenagem em água destilada sete dias a 37°C, cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras (áreas reduzidas e padronizadas) que foram fixadas num paquímetro adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10K gf, velocidade de 1,0 mm/minuto e submetidos ao ensaio de tração. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: G1 – 19,86 ± 2,42a; G2 – 15,64 ± 2,29b; G3 – 23,53 ± 1,07c; G4 – 29,36 ± 0,98d. As quatro condições experimentais apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre si (p = 0.0001) (ANOVA *One-Way* e Teste de *Tukey*, p < 0.05). Os resultados do estudo confirmaram que: a) o processo de neutralização influenciou os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso; b) a limpeza sônica dos precipitados do AFL aumentou os valores de resistência de

união; c) a associação entre o processo de neutralização e a limpeza sônica melhorou a resistência de união.

Objetivando verificar o impacto de concentração e o tempo do condicionamento AFL no comportamento de uma cerâmica feldspática de baixa fusão, Addison, Marquis e Fleming (2007) condicionaram 30 discos de cerâmica Vitadur Alpha[®] (15 X 9 mm) com AFL em três diferentes concentrações (5%, 10% e 20%) em três tempos (45, 90 e 180 segundos). Perfilômetro de contato foi usado para caracterizar a rugosidade das superfícies tratadas. Em seguida, todos os espécimes foram lavados em água destilada por 60 segundos e secos em seringa. Foi realizado o teste de resistência à fratura bi-axial de cada espécime. Os resultados revelaram redução nos valores médios de resistência flexural do grupo controle comparado com os grupos sujeitos ao condicionamento ácido. Maior significância foi evidenciada quanto ao impacto da concentração ácida quando comparada ao tempo de condicionamento. Quando o AFL a 5% foi usado e o tempo de condicionamento foi aumentado de 45 para 90 e 180 segundos, as forças de flexão bi-axiais médias não foram significativamente diferentes, o mesmo não ocorrendo com o AFL 20% por 40 segundos. O perfilômetro de contato demonstrou aumento na rugosidade com aumento da concentração 20% diminuindo a resistência à fratura por provocar dissolução da estrutura cerâmica. A alteração do tempo também resultou em mudanças na confiabilidade dos dados de resistência à fratura. Frente ao exposto, os autores concluíram que o condicionamento da cerâmica feldspática é um processo dinâmico e o impacto depende da constituição do substrato, topografia da superfície, concentração e tempo do condicionamento ácido. A longevidade das restaurações cerâmicas laminadas pode ser aumentada com a técnica de pré-cimentação realizada por meio de condicionamento ácido em tempos de concentração adequados ao tipo de porcelana.

Brentel et al. (2007) estudaram a durabilidade da união entre um cimento resinoso (Panavia F[®]) e uma cerâmica feldspática (VM7[®]) submetido a diferentes tratamentos de superfície e com ou sem aplicação de agente silano (Porcelain Primer[®]). Trinta e dois blocos cerâmicos foram fabricados, limpos em cuba ultrassônica com água por 5 minutos e divididos em quatro grupos de acordo com o tipo de condicionamento e método de silanização: Grupo 1 – gel de AFL 10% (Dentsply[®]) por 1 minuto, mais silanização; Grupo 2 – somente condicionamento com AFL; Grupo 3 – condicionamento FFA 1,23% (Dentsply[®]) por 5 minutos, mais

silanização; Grupo 4 – apenas FFA. Os blocos cerâmicos foram posicionados em moldeiras individuais e o cimento resinoso (Panavia F[®]) foi aplicado sobre as superfícies tratadas. A seguir foram estocados em água destilada (37°C por 24h). Na seqüência, foram seccionados em dois eixos (X e Y) com uma área de adesão de $\pm 0,6 \text{ mm}^2$. Os espécimes foram então divididos em duas condições de estocagem: secos e imediatamente testados; termociclados (12.000 ciclos) e estocados em água (37°C por 150 dias). Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. Os resultados mostraram uma influência significativa do uso do silano, da condição de estocagem e do tratamento de superfície. Os maiores valores de união foram observados, em condições seca e de termociclagem, quando as cerâmicas foram condicionadas com AFL e silanizadas. A silanização após condicionamento com AFL e FFA aumentou consideravelmente os resultados quando comparados com os grupos não silanizados. As falhas foram predominantemente adesivas entre cimento e cerâmica. Os autores concluíram, então, que a silanização da superfície da cerâmica feldspática com FFA e AFL aumentou a resistência de união e que o longo tempo de termociclagem não diminuiu os resultados nos grupos silanizados.

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 – *metacryloxypropyltrimetoxi-silane* (MPS), pode ser visto como um material que aumenta a energia de superfície da cerâmica condicionada, permitindo que o agente resinoso possa penetrá-la. E ainda, o “molhamento” de toda a superfície cerâmica promovido pela silanização, permite a união química entre a parte inorgânica da cerâmica e parte orgânica do agente cimentante; 4) a contaminação da superfície cerâmica pode diminuir a resistência de união com o agente resinoso. Muitas vezes, a limpeza convencional com o jato ar-água não consegue restaurá-la. Os autores enfatizaram que: 1) as cerâmicas ácido sensíveis devem ser condicionadas e silanizadas previamente à cimentação; 2) o agente silano quando utilizado sem condicionamento ácido prévio pode promover,

inicialmente, elevada resistência de união. Entretanto, esta interface adesiva se deteriora com o tempo.

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 cinco grupos (n = 20, 10 para esmalte e 10 para dentina) de acordo com o tratamento de superfície por 10 segundos: 1) condicionamento com AFL a 9,5%; 2) condicionamento com PHA a 50%; 3) condicionamento com PHA a 60%; 4) jateamento com óxido de alumínio 50 µm; 5) jateamento com óxido de alumínio 250 µm. Imediatamente após os tratamentos de superfície, todos os espécimes foram lavados por 10 segundos e limpos durante cinco 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 mm/minuto. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) revelando diferenças estatisticamente significantes para a rugosidade de superfície e resistência de união ao cisalhamento. A média de rugosidade de superfície (Ra) [SD] foi (2.54 [0,21] 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 a 50%. Concluíram que a formação de microporos e sulcos provocada 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.

Moharamzadeh et al. (2008) estudaram a resistência à fratura da interface cerâmica/cimento resinoso. Superfícies cerâmicas polidas e rugosas foram cimentadas junto a um agente resinoso utilizando o silano como agente de

superfície. Oitenta discos da cerâmica feldspática reforçada por leucita (Mirage, USA) foram utilizados, recebendo os seguintes tratamentos de superfície: 1) polimento ; 2) jateamento com óxido de alumínio 50 μm , 3) AFL 10% por 2 minutos; 4) jateamento + AFL. Em seguida, todos os espécimes foram lavados com água destilada e limpos em cuba ultra-sônica com acetona durante 15 minutos. As superfícies foram silanizadas e cimentadas com Variolink II (Ivoclar). Os espécimes foram estocados em água destilada 37°C por 24 horas (A) e 30 dias (B). A resistência à fratura foi testada em uma máquina de ensaio universal (Zwick 100Roell, Germany). O modo de falha e as superfícies fraturadas foram examinados em estereomicroscópio e MEV. A análise de variância mostrou que não houve diferenças estatisticamente significantes nas médias de resistência de união à fratura para os grupos A1 (317.1 j/mm^2), A2 (304.5 j/mm^2), A3 (364.5 j/mm^2), A4 (379.4 j/mm^2), ($p > 0,05$). Entretanto, a média de resistência à fratura para o grupo B1 (255.6 j/mm^2) apresentou significativa diferença em relação aos grupos B2 (648 j/mm^2), B3 (629.3 j/mm^2), e B4 (639.9 j/mm^2), ($p < 0.05$). O teste T mostrou que houve um aumento da resistência à fratura, para os grupos B2 e B3 depois de 30 dias de estocagem ($p < 0.05$). Os modos de falha foram predominantemente mistos na interface. Concluíram que a retenção micromecânica produzida pelo jateamento da superfície cerâmica poderia ser suficiente sem a necessidade do condicionamento com AFL, quando um silano apropriado fosse aplicado sobre a superfície.

Panah, Rezai e Ahmadian (2008) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união cerâmica/resina composta. Dezesesseis pinos de IPS Empress 2[®] foram fabricados. Todos os espécimes foram limpos por 10 minutos em cuba ultra-sônica com água destilada e, em seguida, divididos em oito grupos de acordo com o tratamento de superfície: 1) sem tratamento; 2) jateamento com óxido de alumínio 50 μm ; 3) condicionamento com AFL 9,6% por 1 minuto; 4) aplicação do agente silano; 5) jateamento com óxido de alumínio + AFL 9,6% por 1 minuto; 6) jateamento com óxido de alumínio + silano; 7) AFL 9,6% por 1 minuto + silano; 8) jateamento com óxido de alumínio + AFL 9,6% por 1 minuto + silano. Dez cilindros de resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar, Vivadent) foram fotopolimerizados junto aos pinos de cerâmica em cada grupo. O teste de cisalhamento foi realizado. A análise em MEV foi feita para avaliar os modos de fratura e o efeito do tratamento de superfície. Os resultados mostraram os

seguintes valores de resistência de união: grupo 1) 4.10 (3.06); grupo 2) 7.56 (4.11); grupo 3) 14.04 (2.60); grupo 4) 14,58 (2.14); grupo 5) 15.56 (3.36); grupo 6) 23.02 (4,17); grupo 7) 24.7 (4.43); grupo 8) 26.0 (3.71). A análise de variância (ANOVA) mostrou que a influência dos tratamentos de superfície foi significativa ($p < 0.0001$). Associando-se os resultados quantitativos à análise em MEV, os autores concluíram que a alteração topográfica aumentou a energia de superfície e os valores de resistência de união, permitindo que a resina penetrasse nos sulcos e microporos produzidos. Enfatizaram a utilização do silano como fator importante para a união química e que a associação deste com jateamento com óxido de alumínio e condicionamento ácido, se mostrou o mais efetivo tratamento de superfície.

2.2 CERÂMICA VM7

Boscatto, Della Bona e Cury (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar a microestrutura, composição e algumas propriedades físicas da cerâmica Vita VM7[®]. Foram confeccionados oito cp de VM7[®], conforme as instruções do fabricante e normas da ISO 6872 e polidos até granulagem de 1200. Foram executadas análises quantitativas e qualitativas usando MEV, espectroscopia dispersiva de elétrons (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 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 *spectrum* bem definido e elevado de Si, conferem-lhe nomenclatura vítrea bifásica.

Segundo Rosa, Della Bona e Penzeta (2004), tenacidade de fratura (K_c) é a propriedade que descreve a resistência de materiais à propagação da fratura e dureza; (H) é a resistência de um material à deformação permanente. Mediante estes conceitos, os autores determinaram a K_c e a H da cerâmica Vita VM7[®]. Dez cp

da Vita VM7[®] (9 X 2,5 mm) foram fabricados de acordo com as instruções do fabricante e norma ISSO 6872. Os cp foram polidos com papel matalográfico de granulação de 1200 e pasta de diamante de 4 µm e 1µm. O estresse residual foi removido com uma queima adicional de 50°C acima da temperatura de glase (Tg) da cerâmica. Cada cp sofreu três penetrações de *Vickers* (carga de 1,5 Kg e tempo = 30 segundos) em um microdurômetro (Shimadzu, Japão), totalizando 30 aferições. As diagonais das penetrações e as trincas radiais foram medidas e os valores de H e Kc foram calculados de acordo com a fórmula: $H = 0,5 (P/a^2)$ e $Kc = 0,028 (E/H)^{1/2} Ha^{1/2} (c/a)^{-3/2}$ onde P é a carga aplicada, a é a metade da diagonal da penetração, E é o módulo de elasticidade (58 GPa) e c é o tamanho da trinca radial. A fórmula de Kc foi selecionada de acordo com a relação c/a. Os valores médios e desvio padrão de H (GPa) e Kc (Mpa^{m^{-1/2}}) foram calculados e foram respectivamente: $10,6 \pm 0,5$ e $0,874 \pm 0,09$. Mediante aos resultados obtidos, os autores concluíram que os valores médios de Kc e H da cerâmica vítrea bifásica VM7[®] estavam em concordância com os valores de outras cerâmicas da mesma classe.

2.3 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 cp de resina medindo 6 mm de altura por 6 mm de largura foi aderido à um 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.

A geometria da interface adesiva poderia ter um efeito significativo sobre a mensuração da resistência adesiva e esta poderia também ser um fator contribuinte para as discrepâncias dos dados da literatura, segundo questionamento de Van Noort et al. (1991). Para tanto, avaliaram o efeito da geometria interfacial local sobre a medida de resistência da união dentina/resina composta sob tração, utilizando o método de elemento finito. Foram utilizados 24 molares humanos hígidos, os quais tiveram suas coroas seccionadas a fim de expor a superfície dentinária. Os materiais restauradores empregados foram o sistema adesivo Scotchbond 2[®] e a resina composta P-50[®]. Dois grupos foram constituídos: a) Grupo 1 – a dentina recebeu o *primer* e o adesivo e em seguida foi aplicado o compósito com um molde, deixando um excedente de adesivo na interface (*flash*); b) Grupo 2 – seguiu-se o mesmo processo do grupo 1, apenas não deixando excesso de adesivo na união (sem *flash*). Os resultados mostraram que a resistência adesiva à tração foi significativamente afetada pelo método de aplicação do adesivo (Grupo 1: 6,9 MPa; Grupo 2: 3,10 MPa). Constataram que o padrão de tensão local no grupo 1 foi localizado ao redor da interface resina composta/adesivo (33,74 MPa). Na análise micrográfica (SEM) observaram que o início da falha coincidiu com o local onde havia excesso de adesivo na interface resina composta/adesivo, conseqüentemente, a resistência registrada poderia ser mais da união adesivo/resina composta que a da dentina com o adesivo. Os autores concluíram que a negligência na aplicação do adesivo poderia produzir excessos na interface e desenvolver resultados inconsistentes de resistência da união à tração.

A análise de três variáveis envolvidas em testes de adesão foi proposta por Fowler et al. (1992): a) o tipo de teste: cisalhamento 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 seria difícil avaliar os resultados da resistência de união. Foram usados três diferentes dispositivos para testes mecânicos, dois para testes de tração e um para teste de cisalhamento. Utilizaram incisivos centrais superiores bovinos e molares humanos. Empregaram três sistemas adesivos: Scotchbond 2[®], Keta-fil[®] e

Vitrebond[®]. Concluíram que os resultados obtidos foram influenciados pelo desenho dos dispositivos usados para os testes. Os resultados não mostraram diferenças significativas entre os testes de tração e cisalhamento. No entanto, o teste de cisalhamento produziu um maior número de 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 3,0 mm. Cada fatia assim obtida foi desgastada na zona adesiva para obtenção de um cp 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 0,5 mm ($\pm 0,25 \text{ mm}^2$) e 4 X 3 mm ($\pm 12 \text{ mm}^2$), obtidas com paquímetro digital. As amostras eram fixadas com cianoacrilato a um dispositivo de ensaio, considerando que a zona adesiva permaneceria livre para execução do ensaio. Os resultados mostraram uma relação inversa entre a área de colagem e a resistência adesiva, associando altas resistências em áreas menores. A maior parte das amostras com áreas menores que $2,31 \text{ mm}^2$ mostraram, sob MEV, rompimento adesivo. Segundo os autores, esses fenômenos poderiam ser justificados pela maior quantidade de defeitos e maiores tensões em áreas maiores, gerando valores menores de resistência. Diante dos resultados, os autores sugeriram o emprego de amostras com áreas adesivas entre $1,6 \text{ mm}^2$ e $1,8 \text{ mm}^2$, pois induziam falhas adesivas na união e geravam mínima variabilidade dos valores de resistência. Os autores nomearam o método empregado para realizar este teste de “microtração” e, afirmaram que, além de permitir a mensuração da resistência de união elevada sem fratura coesiva da dentina, o mesmo possibilitou a realização de mensurações múltiplas em um único dente.

A validade dos testes de resistência adesiva que empregam uma força de cisalhamento foi questionada por Della Bona e Van Noort (1995). Desta forma, verificaram a hipótese de que o cisalhamento seria impróprio e inadequado para testar a adesão *in vitro* da resina composta a materiais cerâmicos, visto que, o sítio de fratura normalmente encontrado, ocorria na base da cerâmica dos espécimes e não na área da interface adesiva. Assim, o experimento constou de duas etapas: 1) avaliação da resistência ao cisalhamento e a distribuição das forças pela análise do elemento finito; 2) avaliação da resistência à tração como forma alternativa mais favorável. Para a primeira etapa foram empregadas três configurações de espécimes diferentes, todas elas, porém, com interfaces adesivas iguais: a) grupo A: base cilíndrica de cerâmica medindo 10 X 3 mm, onde foi aderida uma sobre base de resina composta de 3 X 4 mm de altura; b) grupo B: base de resina com sobre base de cerâmica; c) grupo C: cilindro único de resina. Para a segunda etapa foram confeccionadas 40 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 a 9,6% durante 2 minutos e no outro, AFL a 4%, com flúor, seguindo-se à aplicação de um silano, de uma fina camada de adesivo e em seguida, uma camada de resina composta, unindo duas hastes. Assim, para cada grupo, foram confeccionados 10 cp. Com relação à resistência ao cisalhamento, o valor encontrado para o grupo A foi significativamente menor (10,37 MPa) do que os dos grupos B (18,02 MPa) e C (21,82 MPa). Destacou-se, porém, que no grupo B 80% das falhas foram coesivas na base da resina e, no grupo C, 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 a 9,6% ou com o AFL a 4% (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 era altamente não uniforme, fora da área adesiva. Os autores concluíram que o teste de resistência à tração seria mais apropriado para avaliar a capacidade de união das resinas às cerâmicas.

Pashley et al. (1995) realizaram uma revisão de literatura sobre os tipos de testes de resistência adesiva e a validade dos valores obtidos com os mesmos.

Considerando que muitos dos sistemas adesivos apresentavam capacidade de desenvolver resistências adesivas altas (20 a 30 MPa) e que, como consequência destes altos valores muitas das falhas de união ocorriam coesivamente na dentina, os autores enfatizaram a importância em se desenvolver novos tipos de testes para avaliar a resistência da união. Dentre esses, destacaram o método de microtração como uma possível solução. As vantagens do teste de microtração eram: a) existência de maior porcentagem de falhas adesivas do que coesivas; b) possibilidade de mensuração de resistências de união regionais; c) possibilidade de testar a resistência de união em superfícies irregulares; d) possibilidade de testar áreas muito pequenas; facilidade de exame em MEV da área de fratura, visto que a superfície a ser avaliada é de aproximadamente 1 mm². Como desvantagens foram citadas a necessidade de equipamento especial e a dificuldade em se mensurar valores de resistência de união inferiores a cinco MPa.

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.

O efeito do formato e da área da superfície adesiva sobre a resistência à microtração foi investigado por Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998). Para esse estudo, o terço oclusal de dentes molares foi seccionado e após, os mesmos foram divididos longitudinalmente: a) uma metade para os corpos-de-prova cilíndricos; b) outra para cp 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 cp, observando que os cp cilíndricos foram usinados na zona adesiva, formando uma secção circular (formato de ampulheta); nos cp 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 mm/minuto . Os resultados mostraram que não houve nenhuma diferença estatística entre os cp com secção circular e retangular e que os valores de resistência dos cp com $1,1 \text{ mm}^2$ foram significativamente maiores que aqueles com $3,1 \text{ mm}^2$ em todos os grupos e semelhantes aos cp 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 cp 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 na distribuição das tensões e que, o formato dos cp teve influência insignificante.

Em 1999, Bianchi estudou o comportamento dos cp em forma de ampulheta no ensaio de microtração considerando as seguintes variáveis: espessura do cp, forma do entalhe ou pescoço do cp, largura do pescoço, modo de preensão do cp na garra tracionadora. Utilizaram-se matrizes de resina para confeccionar os cp com cinco diferentes espessuras, dois tipos de entalhe (agudo ou arredondado), duas espessuras de pescoço e dois modos de preensão na garra tracionadora (fixação por um ou dois lados do corpo-de-prova). Para o estudo foi desenvolvida uma garra específica para a preensão do cp, utilizando como base um paquímetro onde a vareta de profundidade foi removida do trilho e perfurada nas duas extremidades sendo que uma foi fixada ao cursor do paquímetro e a outra à parte móvel do dispositivo de tração da máquina de ensaio. Bianchi (1999), como precursor do ensaio de microtração usando um paquímetro para a fixação e tracionamento dos corpos-de-prova concluiu que: a) preensão bilateral é mais estável, não diferindo estatisticamente para áreas menores que 1 mm^2 ; b) o aumento da espessura do cp diminuiu os valores de resistência; c) a preensão do cp por um só lado tende a produzir resistências menores que poderão acentuar-se com o aumento da espessura do cp e tornarem-se não significativas em espessuras menores que 1 mm ; d) o entalhe agudo forneceu resistências menores, especialmente em espessuras menores que 4 mm ; e) as larguras maiores de pescoço resultaram em resistências menores exceto nas áreas menores que 1 mm^2 ; f) a geometria assimétrica do cp, mantendo-se a mesma área, diminuiu os valores de resistência adesiva; g) o ideal seria que todos os corpos-de-prova possuíssem áreas adesivas com desenhos semelhantes e menores que 1 mm^2 .

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 4 mm de diâmetro). Afirmaram que esse tipo de ensaio é conveniente quando a força adesiva entre resina e dentina é relativamente baixa (em torno de 10 MPa), 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 consideraram 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 notar que nessa revisão, os autores mostraram o corte dos cp 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 cp 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.

Shono et al. (1999a) 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 1 mm, a qual foi novamente recortada em secções de 1

mm, resultando em amostras retangulares com dimensões de 1 X 1 X 8 mm (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 hipótese de que o tempo de armazenagem da adesão resina/dentina poderia ser reduzido a um período de 90 dias apenas, desde que o ensaio de resistência adesiva usado fosse o de microtração foi levantada por Shono et al. (1999b) utilizando cp em formato de “palitos” com dimensões de 1 X 1 X 8 mm. Os autores observaram em seu trabalho que o tempo de armazenagem de corpos-de-prova com dimensões tão pequenas, onde várias porções de uma mesma área adesiva ficavam expostas à umidade ao mesmo tempo, pode ser reduzido e ao mesmo tempo foi efetivo, pois a deterioração dos materiais envolvidos na região adesiva aconteceu mais rapidamente. Eles concluíram que a versão proposta para o teste de microtração usando vários palitos de uma mesma fatia de dente foi um modelo de teste adequado para se verificar a durabilidade da adesão dentina/resina.

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) grupo 1 – AFL 9,6% por dois minutos; b) grupo 2 – FFA a 4% por dois minutos; c) grupo 3 – silano (S) por cinco minutos; d) grupo 4 – AFL mais S; e) grupo 5 – APF mais S. Os blocos de cerâmica E2 foram divididos da mesma forma: a) grupo 6 – igual ao 1; b) grupo 7 – igual ao grupo 2; c) grupo 8 – igual ao grupo 3; d) grupo 9 – igual ao grupo 4; e) grupo 10 – igual ao grupo 5. 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 0,85 mm. 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 a velocidade de 0,5 mm/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. 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.

O estudo de Garcia et al. (2002) teve como objetivo fazer uma apresentação e discussão dos testes mecânicos mais rotineiramente empregados para avaliação da resistência de união de materiais adesivos à estrutura dentária. Com relação ao teste de tração comentaram que um dos principais problemas com esse teste era a manutenção do alinhamento do cp durante o ensaio, evitando a orientação inadequada da força devido a uma geometria interfacial incorreta. Embora existisse um dispositivo preconizado e sugerido pela ISOTR 11405 como padrão para ser usado nos testes de tração, não havia uma padronização de dispositivos para os estudos de tração. Já o teste de microtração que se baseava na relação inversamente proporcional da área adesiva com a resistência de união, demonstrou que com a redução da área de teste havia um aumento proporcional dos valores de resistência adesiva e o modo de fratura dos espécimes ocorreria quase que na sua totalidade de forma adesiva, não se observando fraturas coesivas no substrato. A interpretação dos resultados dos testes de tração baseou-se na teoria de Griffith (1920) que demonstrou que a resistência coesiva de corpos sólidos diminuía com o aumento de volume e da área de secção transversa. Isso foi devido ao fato de que espécimes de dimensões maiores continham mais defeitos estruturais que de dimensões menores. Com base na interpretação dos resultados, os autores concluíram que, como a interface adesiva não era uniforme, irregularidades de

superfície, presença de bolhas e variações decorrentes do próprio procedimento de aplicação do agente de união estiveram presentes.

Dündar et al. (2006) compararam a força adesiva de cisalhamento (SBS) e de microtração (MTBS) testando estes ensaios mecânicos para núcleos e facetas de cerâmica em quatro tipos dos sistemas cerâmicos. Quatro diferentes combinações de faceta/núcleo de cerâmica, sendo três facetas feldspáticas e o outro de fluorapatita em seus respectivos núcleos correspondentes, chamados cerâmica reforçada de leucita (IPS Empress[®]), cerâmica com baixa quantidade de leucita (Finesse[®]), alumina infiltrada de vidro (In-Ceram Alumina[®]) e dissilicato de lítio (IPS Empress 2[®]) foram usados em testes de cisalhamento e microtração. Os núcleos de cerâmica (N = 40, n = 10/grupo para o teste de cisalhamento, N = 5 blocos/grupo para o teste da microtração) foram confeccionados de acordo com as instruções do fabricante (para o cisalhamento: espessura, 3 mm; diâmetro, 5 mm e para microtração: 10 X 10 X 2 mm) e limpos por meio de ultra-som. As facetas de cerâmica (espessura de 2 mm) foram condensadas em moldes de aço e fundidos com os materiais do núcleo de cerâmica. Após testarem os espécimes no molde para maiores ajustes, eles foram novamente limpos por meio de ultra-som. Estes espécimes foram estocados em água destilada a 37°C por uma semana e as forças adesivas foram realizadas em máquina de teste universal (velocidade: 1 mm/minuto). Foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os dois ensaios e entre os tipos de cerâmica (P < 0,05). Os valores médios para a força adesiva de cisalhamento para facetas de cerâmica de dissilicato de lítio foram significativamente maiores (41 ± 8 MPa) do que as cerâmicas com baixa quantidade de leucita (28 ± 4 MPa), infiltradas com vidro (26 ± 4 MPa) e reforçadas por leucita (23 ± 3 MPa), enquanto as médias de microtração para a cerâmica com baixa quantidade de leucita foram bem maiores (15 ± 2 MPa), do que aquelas reforçadas com leucita (12 ± 2 MPa), infiltradas com vidro (9 ± 1MPa) e cerâmica com dissilicato de lítio (9 ± 1 MPa). Os autores concluíram que os ensaios mecânicos testados e as diferenças nas composições químicas dos núcleos e facetas influenciaram os valores de resistência de união para todos os sistemas cerâmicos.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a hipótese: diferentes soluções utilizadas na limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico influenciam os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.

4 METODOLOGIA

4.1 MATERIAL

A descrição dos materiais, nome comercial e fabricante estão listadas nas Figuras 1 e 2, respectivamente.

Material	Nome comercial	Fabricante
Cerâmica Feldspática	VITA VM7	VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany
Resina composta microhíbrida fotopolimerizável	W3D MASTER	Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil
AFL a 9,6%	Condicionador de Porcelanas	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil
Silano	Porcelain Primer	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil
Cimento resinoso dual	3M Rely X™ ARC	3M Dental Products Division, St Paul, MN, USA
Água destilada	-	Laboratório Farmácia - UFJF
Acetona 99,5%	-	Laboratório Farmácia - UFJF
Álcool 70%	-	Laboratório Farmácia - UFJF

Figura 1 – Quadro demonstrativo da descrição dos materiais, nome comercial e fabricante.

Nome comercial	Lote	Composição Química
VITA VM7	2292	Si: 19,6% Al: 4,9% K: 4,0% Na: 2,4% Ca: 0,7% C: 25,7% O: 42,2%
W3D MASTER	022/05	Monômeros metacrílicos Sílica pirogênica Silicato de bário Alumínio
AFL a 9,6%	857844	AFL, Água Espessante Corante
Porcelain Primer	824485	γ -metacriloxipropiltrimetoxi-silano hidrolisado
Rely X™ ARC	FAGH-3415A1	Pasta A: Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/sílica, fotoiniciador, pigmentos. Pasta B: Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/sílica, peróxido de benzoila.

Figura 2 – Quadro demonstrativo da descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção dos corpos-de-prova e cimentação.

4.2 MÉTODO

Inicialmente, foi confeccionado um padrão de resina acrílica com dimensões de 6 X 8 X 8 mm (Figura 3), a partir do qual foram obtidos blocos de cerâmica com as mesmas medidas para todos os grupos.

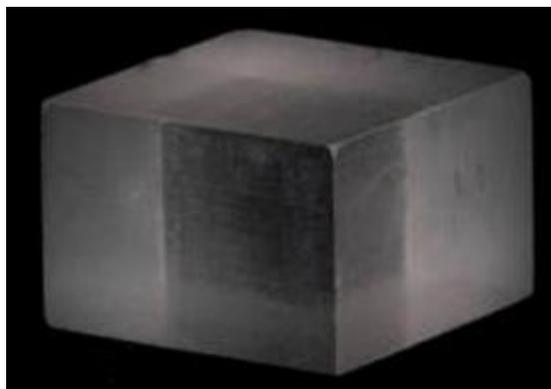


Figura 3 – Ilustração do padrão de resina acrílica.

O padrão de resina acrílica foi moldado com a massa densa do silicone (polivinilsiloxano) polimerizada por reação de adição (Elite HD, Zhermach, Badia Polesine, Itália) (Figuras 4a). O molde foi isolado com óleo mineral (Figuras 4b e 4c). 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, foi inserida em pequenas porções e condensada dentro do molde de silicone e vibrada manualmente para melhor assentamento até completar todo o espaço do molde (Figuras 4d e 4e). O excesso de líquido modelador foi removido com papel absorvente macio. O bloco foi então removido do molde (Figura 4f). Ao final, foram obtidos 20 blocos da cerâmica de cobertura VITA VM7 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany), a partir de um único molde, os quais foram sinterizados (Figura 4g e 4h) sobre base refratária no forno Vacumat (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) seguindo os ciclos de queima recomendados pelo fabricante. Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é em torno de 20%, os blocos pós-sinterização tinham dimensões aproximadas de 6,4 mm x 6,4 mm x 4,8 mm (Figuras 4i, 4j e 4k).



Figura 4 – Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a) moldagem do padrão; b) secção do molde; c) molde isolado com óleo mineral.



Figura 4 – Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: d e e) inserção e condensação da massa; f) remoção do bloco cerâmico.



Figuras 4g e 4h – Blocos cerâmicos no forno antes da sinterização.

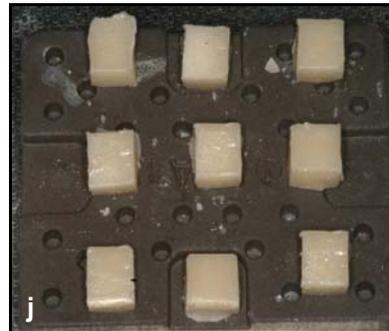
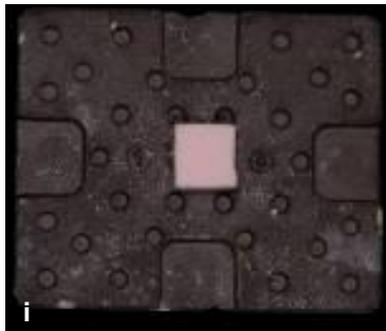


Figura 4 – Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: i) bloco cerâmico antes da cocção; J) blocos cerâmicos após cocção.

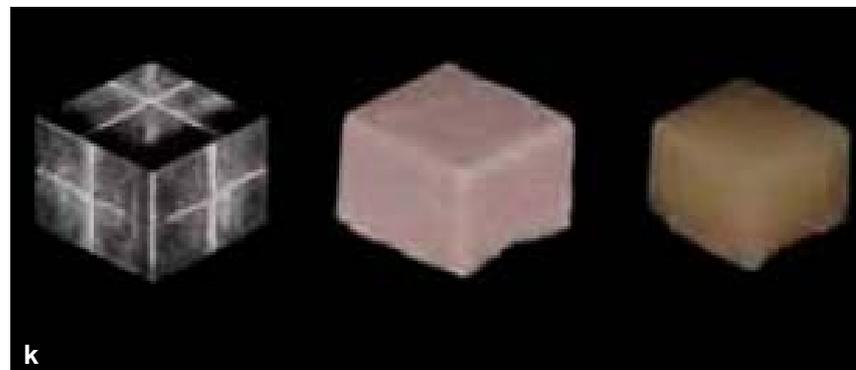


Figura 4 – Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: k) padrão de resina acrílica, bloco cerâmico antes e após cocção.

Após a remoção dos excessos de cerâmica das amostras com discos de diamante em baixa rotação (3181 Microdont, São Paulo, Brasil), a superfície escolhida para colagem (6,4 mm X 6,4 mm) foi planificada manualmente, com umedecimento constante com água, empregando lixas d'água de granulações n°. 600, 800, 1200 (3M Dental Products Division, St Paul, MN, USA) e submetidas à limpeza com ultra-som (Vitasonic – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) por

5 minutos (Figura 5). Esses passos viabilizaram um contato mais uniforme entre a superfície da cerâmica e do bloco de resina composta, para a cimentação.



Figura 5 – Aparelho de ultra-som.

4.2.1 Obtenção dos Blocos de Resina Composta

Primeiramente, cada bloco cerâmico (Figura 6a) 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 (Figura 6b) e dentro do mesmo foi inserida a resina composta microhíbrida (W3D MASTER – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) em incrementos de 2 mm (Figura 6c) e cada incremento foi fotopolimerizado por 40 segundos (UltraLED-Ultradent[®]) (Figura 6d), até preenchimento do molde (Figura 6e), obtendo-se um bloco de resina composta microhíbrida (6,4 X 6,4 X 4,8 mm) para cada bloco cerâmico (KERN; THOMPSON, 1995). A superfície de colagem da resina composta apresentava, então, o mesmo desenho da superfície de colagem do bloco cerâmico (Figura 6f).

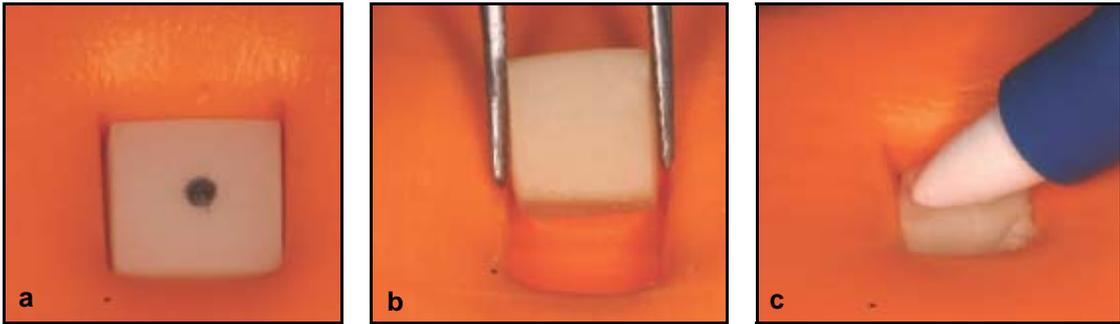


Figura 6 – Seqüência de confecção do bloco de resina composta: a) moldagem do bloco cerâmico; b) remoção do bloco cerâmico; c) condensação da resina composta.

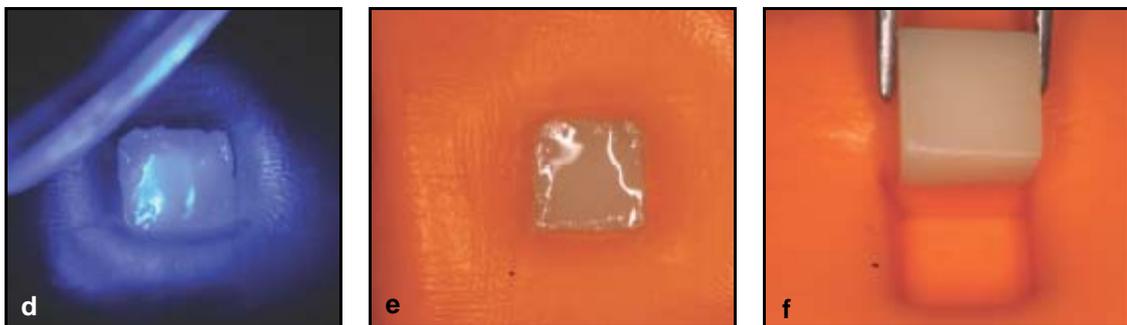


Figura 6 – Seqüência de confecção do bloco de resina composta: d) fotopolimerização da resina composta; e) molde preenchido; f) amostra de polímero obtida.

Em seguida, os 20 blocos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em quatro grupos ($n = 5$) (Figura 7). Eles diferiram quanto ao tipo de solução utilizada para eliminação do precipitado do AFL sobre a superfície cerâmica. O tempo de condicionamento da cerâmica foi de 20 segundos com AFL a 9.6% (AFL) (Figuras 8a, 8b, 8c e 8d), conforme recomendado por (BOTTINO; VALANDRO; BUSO, 2004; LEITE, 2005; PEUMNS et al., 1999). Os blocos cerâmicos dos grupos testes foram submetidos à limpeza sônica com diferentes soluções (Figuras 9a e 9b).

GRUPO CONTROLE	G1 5 blocos	AFL 9,6% – 20s Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Secagem total com ar comprimido
GRUPO TESTE	G2 5 blocos	AFL 9,6% – 20s Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Limpeza em cuba ultra-sônica com água destilada – 4 min Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Secagem total com ar comprimido
	G3 5 blocos	AFL 9,6% – 20s Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Limpeza em cuba ultra-sônica com acetona 99,5% – 4 min Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Secagem total com ar comprimido
	G4 5 blocos	AFL 9,6% – 20s Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Limpeza em cuba ultrassônica com álcool 70% – 4 min Lavagem <i>spray</i> ar-água – 60s Secagem total com ar comprimido

Figura 7 – Quadro demonstrativo dos grupos estudados.

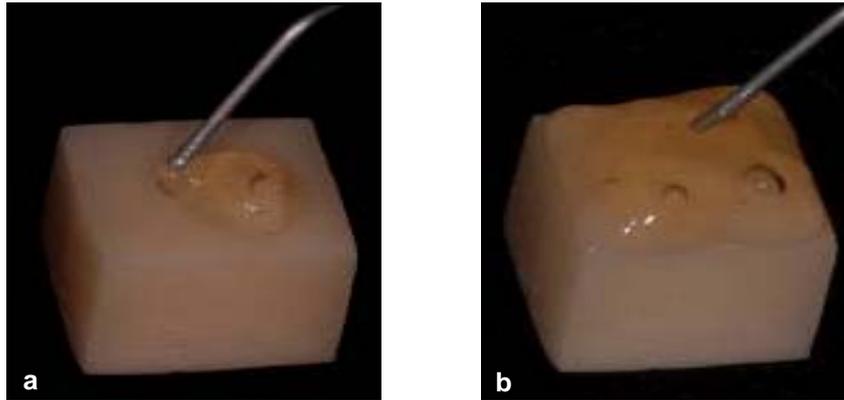


Figura 8 – Condicionamento da superfície cerâmica: a e b) aplicação do AFL 9,6%.

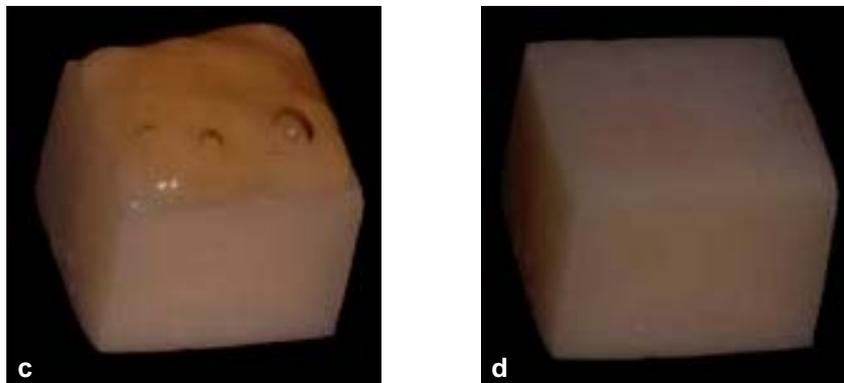


Figura 8 – Condicionamento da superfície cerâmica: c) aplicação do AFL 9,6%; d) superfície cerâmica condicionada.

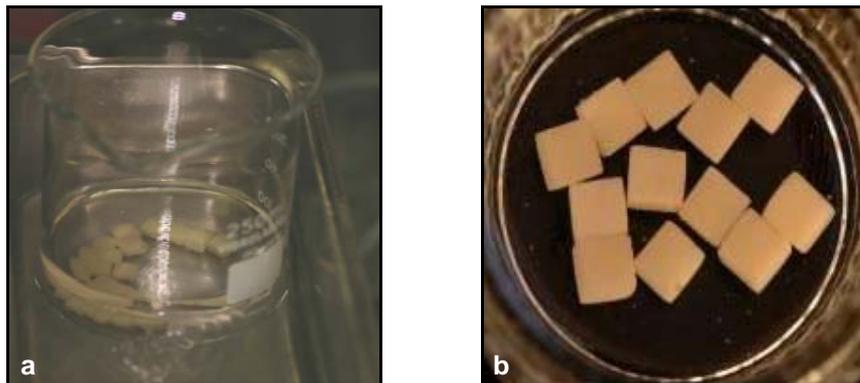


Figura 9a e 9b – Limpeza sônica dos precipitados ácidos com água destilada.

4.2.2 Cimentação dos Blocos

Após concluídos os tratamentos na superfície da cerâmica, foi aplicado o agente silano (Porcelain Primer – Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil) (Figuras 10a e 10b) seguindo as recomendações do fabricante. Os segmentos cerâmicos foram unidos aos de resina composta com cimento resinoso dual Rely X™ ARC (3M Dental Products Division, St Paul, MN, USA), manipulado segundo as recomendações do fabricante e aplicado sobre a superfície já tratada de cada segmento cerâmico. O conjunto foi posicionado em delineador adaptado (Figura 10c) para cimentação com a superfície de colagem perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750 g (KERN; THOMPSON, 1995) utilizada durante todo o procedimento (10 minutos). Após o posicionamento do conjunto cerâmica-cimento-resina composta, os excessos de cimento foram removidos. Quarenta segundos de ativação foram realizados em cada um dos quatro lados do conjunto cerâmica-cimento-resina composta (totalizando 160 segundos), utilizando uma unidade foto-ativadora com intensidade de luz maior que 400 mW/cm^2 (UltraLED-Ultradent) (Figura 10d). Ao final, os conjuntos foram armazenados em água destilada a 37°C por uma semana (KERN; THOMPSON, 1995) com objetivo de evitar ressecamento.

Ao final desta etapa foram obtidos cinco conjuntos cerâmica-cimento-resina composta ($n = 5$) para cada grupo de estudo.

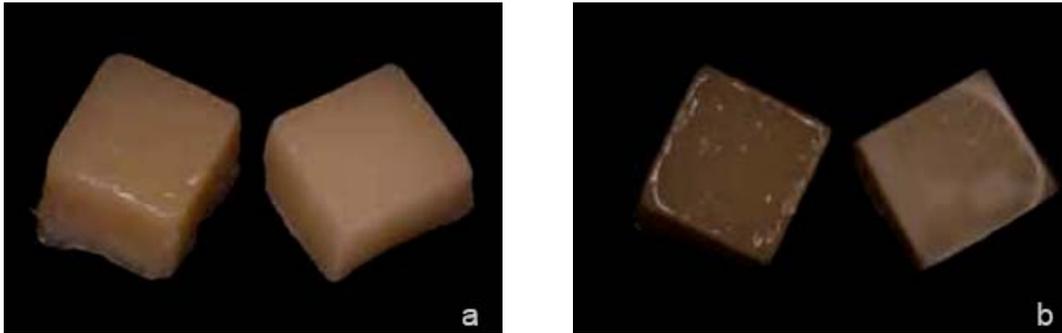


Figura 10 – Sequência de cimentação: a) bloco cerâmico e o seu correspondente de resina composta; b) bloco cerâmico após silanização.

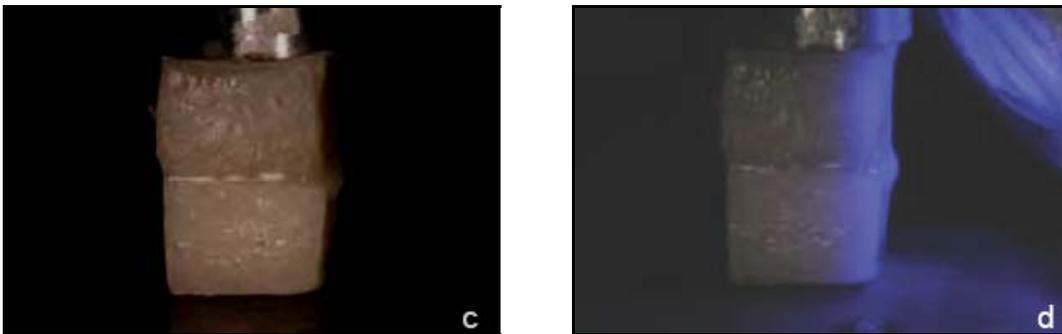


Figura 10 – Sequência de cimentação: c) conjunto cerâmica-cimento-resina composta no delineador adaptado; d) fotopolimerização do conjunto cerâmica-cimento-resina composta.

4.2.3 Corte dos Conjuntos Cerâmica-Cimento-Resina Composta e Obtenção dos Corpos-de-Prova

Os cortes foram executados com disco diamantado 34570 (Microdont, São Paulo, Brasil) em baixa rotação, sob refrigeração com água, montados em peça-de-mão (Kavo Ind. e Com. Ltda.) acoplada a um torno mecânico modificado (ANDREATA FILHO; NISHIOKA; ALMEIDA, 2002), com calibragem dos eixos x e y, com possibilidade de corte em ambas as direções (Figura 11).

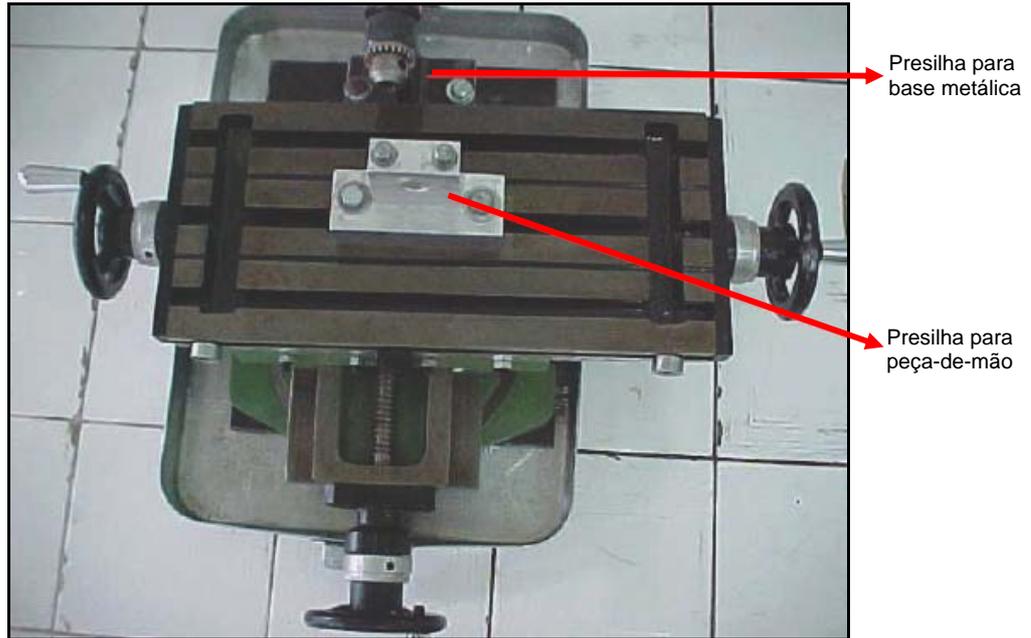


Figura 11 – Fotografia do torno mecânico modificado de Andreatta Filho, Nishioka e Almeida (2002).

Inicialmente, cada conjunto cerâmica-cimento-resina composta foi fixado com cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite Ltda., São Paulo, Brasil), em uma base metálica que foi acoplada à garra da máquina de corte (Figura 12a). Os blocos foram posicionados o mais perpendicularmente possível em relação ao disco diamantado da máquina, de forma a obter cortes regulares, permitindo que a espessura das “fatias” obtidas ficasse homogênea. Após a calibragem da máquina de corte, operação repetida a cada novo procedimento, foi realizado o primeiro corte. Desta forma, foi eliminada a primeira fatia do cp ($\pm 0,5$ mm), para que não houvesse riscos de excessos (*flash*) de cimento influenciarem diretamente nos valores da resistência de união (VAN NOORT et al., 1989).

Posteriormente foram feitos quatro cortes nos conjuntos cerâmica-cimento-resina composta produzindo fatias com $1 \pm 0,05$ mm² de espessura (LEITE, 2005).

Cada fatia foi girada em 90° e novamente fixada na base metálica. A primeira secção foi eliminada (0,5 mm) pela mesma razão já mencionada. Outras quatro secções foram feitas, também com a mesma espessura ($1 \pm 0,05$ mm²) (Figura 12b, 12c e 12d). Este mesmo processo foi seguido nas outras três fatias. Deste modo, somente os cp centrais foram empregados. Desta forma, um total de dezesseis amostras para cada conjunto cerâmica-resina composta foi obtido. As

amostras apresentavam as seguintes características: (a) formato retangular; (b) seção transversal quadrangular – simétricas, (c) área adesiva de $1 \pm 0,05 \text{ mm}^2$, (d) comprimento de $\pm 8 \text{ mm}$ (Figuras 12e e 12f) (SHONO et al., 1999a, 1999b). A cada quatro conjuntos cerâmica-cimento-resina composta cortados, o disco diamantado foi descartado, minimizando-se assim a geração de calor que poderia influenciar nos resultados finais do trabalho.

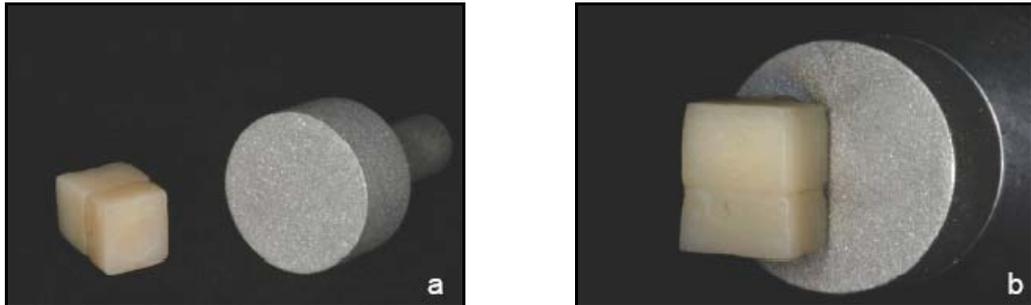


Figura 12 – Sequência da preparação dos cp para o ensaio de tração com amostras reduzidas: a) conjunto cerâmica-cimento-resina composta e base metálica; b) conjunto cerâmica-cimento-resina composta fixado na base metálica.

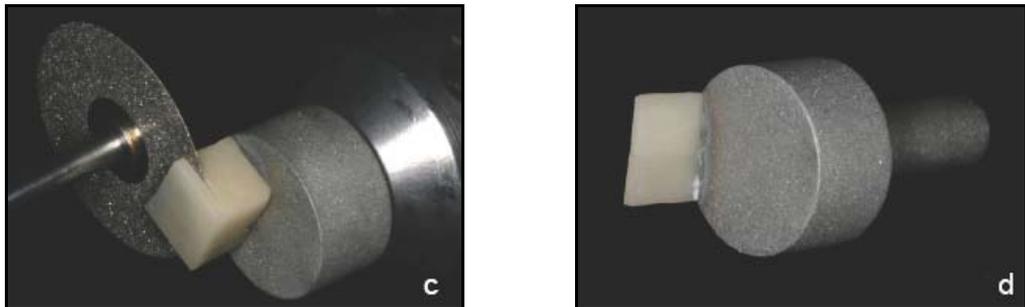


Figura 12 – Sequência da preparação dos cp para o ensaio de tração com amostras reduzidas: c) corte do conjunto cerâmica-cimento-resina composta; d) fatia obtida.



Figura 12 – Sequência da preparação dos cp para o ensaio de tração com amostras reduzidas: e) corte da fatia para obtenção das amostras (área reduzida); f) amostras obtidas.

4.2.4 Ensaio de Tração

Primeiramente a área de todas as amostras foi mensurada antes da execução do ensaio mecânico de tração, empregando um paquímetro digital (Starret Indústria e Comércio Ltda.) (Figura 13) 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.



Figura 13 – Fotografia do paquímetro digital utilizado (com vista aproximada) para mensuração da área adesiva.

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 posicionado na máquina de ensaio universal (Modelo DL-1000, EMIC – Equipamentos e Sistemas Ltda., São José dos Pinhais, PR – Brasil) (Figura 14) permitindo que a superfície de união se posicionasse perpendicularmente à célula de carga de 10 Kgf, evitando forças de torção na zona adesiva (BIANCHI, 1999). Cada amostra foi submetida à tração com velocidade de 1

mm/minuto até o rompimento da união (Figura 15) (BIANCHI, 1999; SHONO et al., 1999a, 1999b).



Figura 14 – Fotografia da máquina de ensaio universal EMIC.

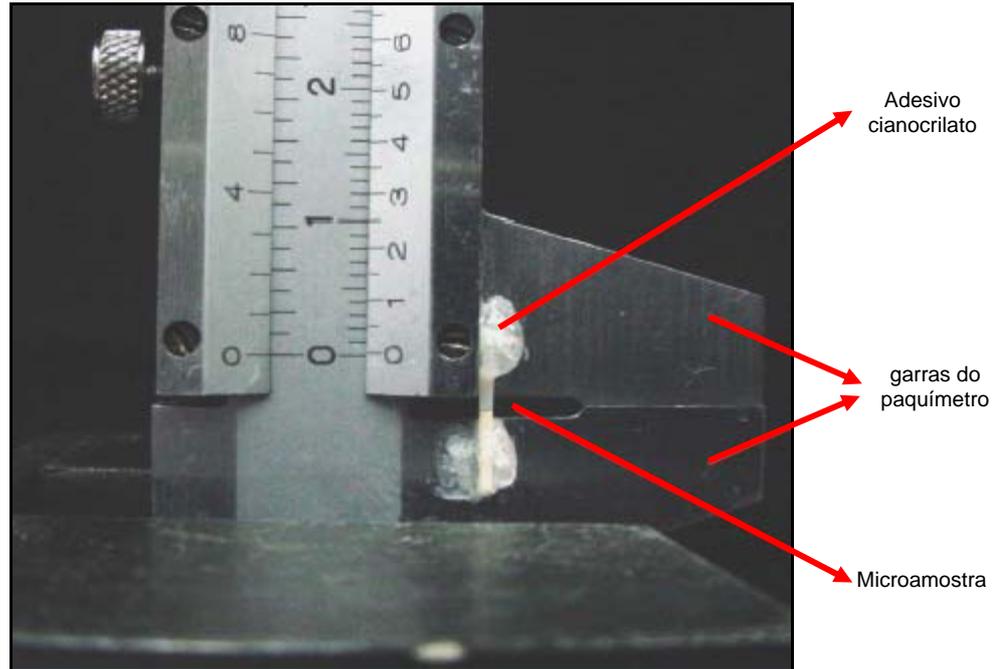


Figura 15 – Fotografia com vista aproximada do conjunto paquímetro adaptado - microamostra.

4.2.5 Análise por Microscopia Óptica

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

4.2.6 Análise Topográfica por Microscopia Eletrônica de Varredura

4.2.6.1 Do modo de falha das amostras reduzidas

Para análise do modo de falha em MEV, foram obtidas amostras reduzidas representativas de cada grupo para ilustração.

Primeiramente, os espécimes foram fixados com cera, em *stubs* metálicos de 12 mm de diâmetro, mantendo as interfaces visíveis para serem metalizadas.

A metalização foi realizada no NAP/MEPA da Esalq/USP – Campus Piracicaba, no evaporador MED 010 da *Balzers*, onde uma fina camada de ouro foi depositada sobre os espécimes, com espessura aproximada de 100-200 Ångstron, correspondente a um período de *sputtering* de 2 a 3 minutos (KITAJIMA; LEITE, 1999) (Figuras 16a,16b e 16c).

Após a metalização, os *stubs* contendo as amostras foram fixados em porta-*stubs* e mantidos em potes plásticos hermeticamente fechados contendo sílica gel, para evitar umidade, até a avaliação.

A avaliação em MEV foi realizada no NAP/MEPA da Esalq/USP – Campus Piracicaba, no microscópio eletrônico de varredura DSM 940-A (15 KV 80 mW), com aumentos de 50X a uma distância de 8 mm. A obtenção das imagens foi conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que foi projetado sobre a superfície da amostra (Figura 17).



Figura 16a – Fotografia da máquina metalizadora evaporador MED 010 da *Balzers*.

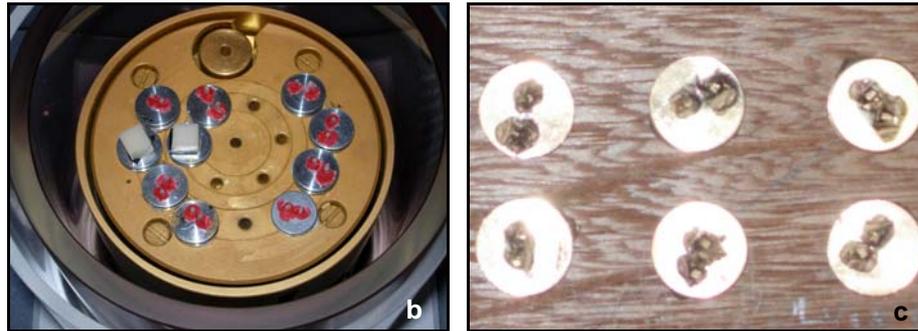


Figura 16 – b) amostras antes da metalização; c) amostras metalizadas.



Figura 17 – Fotografia do microscópio eletrônico de varredura¹

4.2.6.2 Da topografia cerâmica dos diferentes grupos

Foram confeccionados blocos cerâmicos adicionais de cada grupo do estudo, para análise da topografia nas diferentes condições. As superfícies cerâmicas foram observadas em MEV (Laboratório da FAENQUIL – USP – Campus Lorena) em aumentos de 500X e 2000X no modo de baixo vácuo com pressão de 40 Pa e foram realizadas no modo de elétrons secundários com 20 kV de voltagem de

¹ NAP/MEPA da ESALQ/USP – Campus Piracicaba.

aceleração e com uma distância de trabalho de 15 mm. A região mapeada tinha a dimensão de 1,3 X 1,3 mm.

4.2.7 Análise Química de Superfície Via MEV + EDS

A análise dos elementos químicos presentes na superfície cerâmica de uma amostra adicional de cada grupo foi feita pela técnica de MEV/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 MEV utilizado para as análises.

A técnica de MEV/EDS, por mapeamento por área, foi utilizada para verificar a presença ou não dos elementos do precipitado do AFL na superfície cerâmica.

As imagens do MEV (200 X) para o mapeamento de superfície foram obtidas 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 região mapeada tinha a dimensão de 1,3 mm X 1,3 mm.

A microanálise de raios-X foi realizada na superfície de cada bloco cerâmico utilizando-se: um MEV modelo LEO1450VP (LEO-Zeiss, Inglaterra) e um sistema EDS (Oxford) com programa INCA *Energy* e detector EDS de 133 eV de resolução (Figura 18). As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e 20 kV de voltagem de aceleração (20 keV de energia de aceleração). As imagens das amostras foram obtidas utilizando o modo de elétrons retroespalhados. Os espectros de raios-X foram obtidos com a aquisição de 50 segundos.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção de espectros de concentração de cada elemento químico presente em cada uma das quatro amostras analisadas.



Figura 18 –Aparelho utilizado para realização da MEV/EDS².

4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Inicialmente foram testados os pressupostos de normalidade (teste de Shapiro). Verificada a normalidade dos dados, realizou-se ANOVA e o teste de *Tukey* ($p < 0.05$).

² Laboratório de Microscopia Eletrônica. Departamento Engenharia de Materiais. FAENQUIL/USP – Campus Lorena.

5 RESULTADOS

5.1 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

De acordo com a metodologia aplicada, quatro condições experimentais representaram a influência do tipo de solução utilizada para a limpeza sônica dos precipitados do AFL sobre a resistência de união entre a cerâmica feldspática e o cimento resinoso, onde foi considerado: G1) convencional; G2) limpeza sônica com água destilada; G3) limpeza sônica com acetona 99,5%; G4) limpeza sônica com álcool 70%.

Os valores de resistência de união (MPa) para o grupo controle e os três grupos testes estão demonstrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Estatística descritiva dos dados de resistência de união (MPa) obtidos para os diferentes grupos.

Grupo	N	Média	Desvio Padrão	Coef. Var. (%)	Mínimo	Máximo
G1	5	16,60	0,52	3,17	15,90	17,23
G2	5	18,75	0,37	1,97	18,26	19,20
G3	5	16,09	0,92	5,75	15,03	17,17
G4	5	15,75	1,38	8,79	13,96	17,34
Total	20	16,80	1,45	19,68	13,96	19,20

Conforme demonstrado na Tabela 1, foi possível verificar que o valor médio de resistência de união da limpeza sônica dos precipitados ácidos com água destilada (G2) (18,75 MPa) foi superior aos valores obtidos para os grupos G1 (16,60 MPa), G3 (16,09 MPa) e G4 (15,75 MPa).

A distribuição dos valores de resistência de união ao redor da média, de acordo com o tipo de tratamento de superfície, pode ser observada na Figura 19.

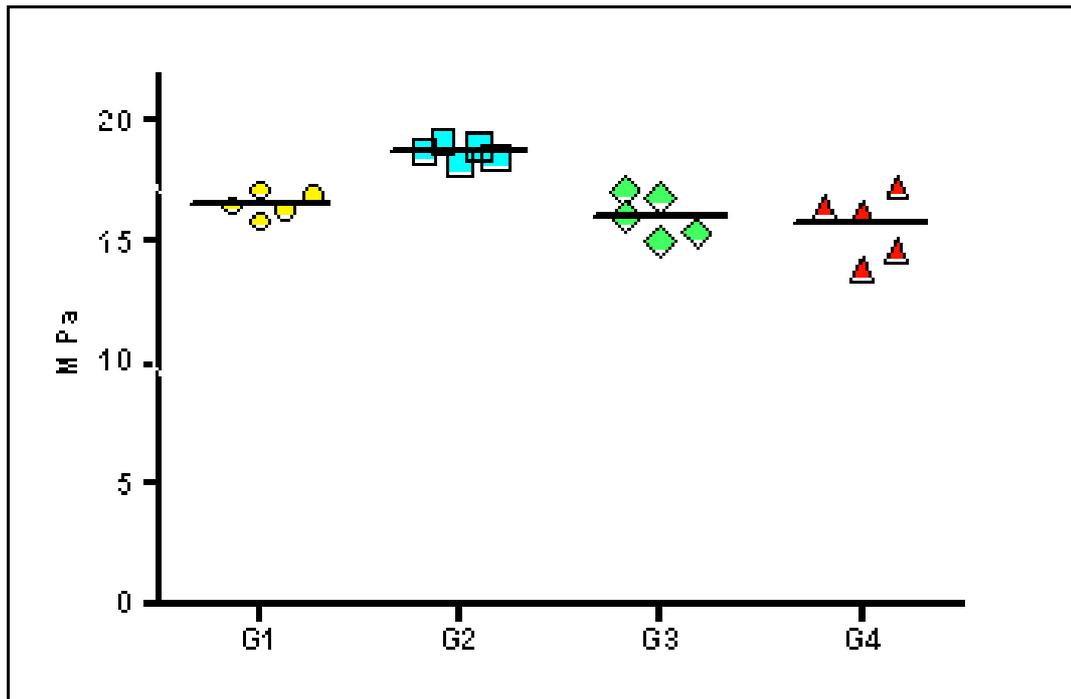


Figura 19 – Gráfico da distribuição dos valores de resistência de união.

Para comparação entre os grupos experimentais foi realizada a Análise de Variância ($p < 0,05$). Verificou-se que houve diferença significativa entre os grupos ($p = 0,001$) (Tabela 2).

Tabela 2 – Demonstrativo ANOVA

Efeito	GI	SQ	QM	F	P
Tratamento	3	27,25	9,08	11,39	0,001*
Resíduo	16	12,63	0,79		
Total	19	40,01			

* $p < 0,05$.

Para comparação múltipla dos valores de resistência de união entre os grupos foi realizado o teste de *Tukey*, com nível de significância de 5% (Tabela 3).

Tabela 3 – Valores médios de resistência de união (MPa).

Grupos	Média	Grupos homogêneos*
Controle (G1)	16,60	a
Água Destilada (G2)	18,75	b
Cetona (G3)	16,09	a
Álcool (G4)	15,75	a

*Conjuntos que apresentam letras iguais indicam diferença estatisticamente não significativa.

Analisando-se os resultados de resistência de união (MPa) apresentados na Tabela 4, pôde-se observar que os G1 ($16,60 \pm 0,52$), G3 ($16,09 \pm 0,92$) e G4 ($15,75 \pm 1,38$) não apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre si ($p > 0,05$). Porém, o grupo da água destilada (G2) ($18,75 \pm 0,37$), quando comparado aos demais, apresentou diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$). Notou-se também que este grupo (Figura 20), apresentou o maior valor médio de resistência de união quando comparado aos demais grupos deste estudo.

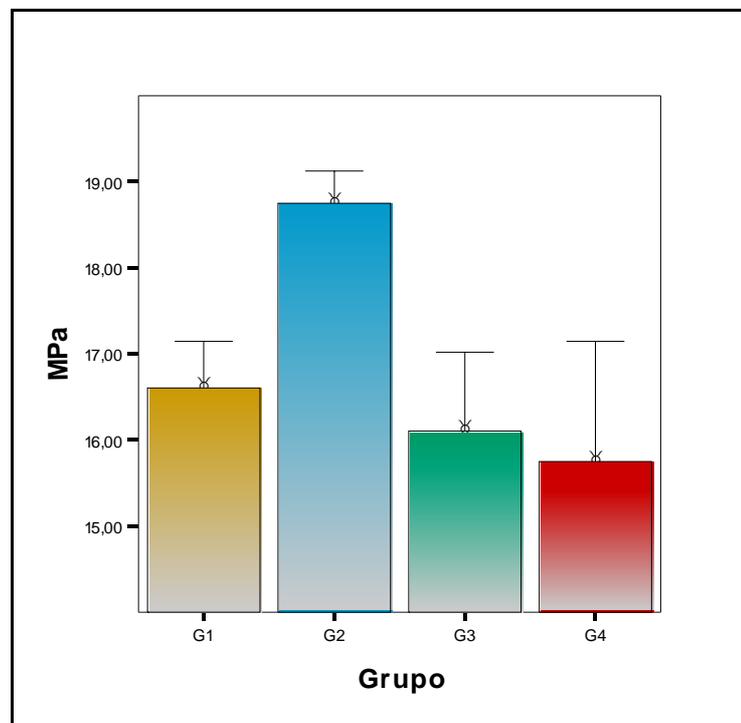


Figura 20 – Gráfico das médias de resistência de união (MPa).

5.2 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓPTICA

Os resultados referentes à avaliação dos padrões de falha observados em microscopia óptica nos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de tração mostraram que houve 100% de falhas na zona de adesão (cerâmica/cimento resinoso).

5.3 ANÁLISE TOPOGRÁFICA POR MEV

A análise em MEV das amostras fraturadas revelou que todas as fraturas ocorreram dentro da zona adesiva. 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 21 e 22).

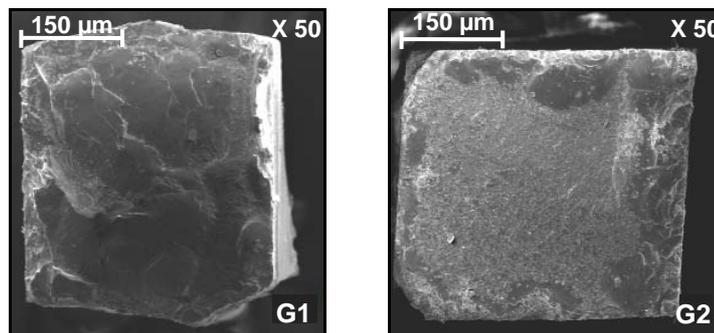


Figura 21 – Micrografia do modo de falha do G1e G2.

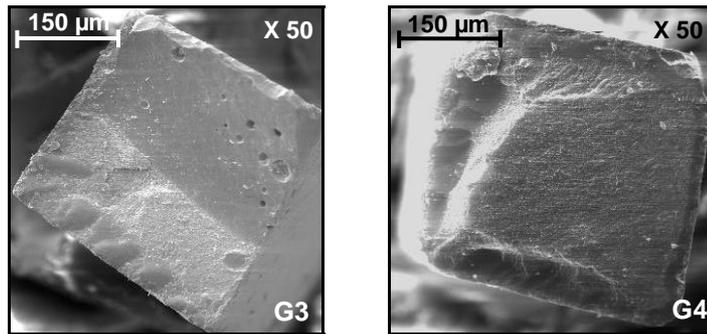


Figura 22 – Micrografia do modo de falha do G3 e G4.

Nas Figuras 23-26, podem ser observadas uma seqüência de imagens obtidas com o MEV (500X e 2000X, respectivamente) das superfícies cerâmicas após o tratamento nos diferentes grupos. A avaliação dessas imagens mostra a formação de três tipos de alterações morfológicas: poros (círculos azuis), sulcos ou fendas (setas amarelas) e deposição de precipitados (círculos vermelhos) resultantes do condicionamento das superfícies cerâmicas pelo AFL. Os poros e os sulcos foram aumentando quantitativamente à medida que se realizou o processo de limpeza sônica com diferentes soluções. A análise da seqüência de imagens obtidas em MEV mostra que houve uma limpeza da superfície cerâmica pelo uso do ultrassom com água destilada (G2), acetona 99,5% (G3) e álcool 70% (G4), uma vez que a maioria dos precipitados ácidos foi removida. Esse fato fez com que os poros e os sulcos se tornassem mais visíveis.

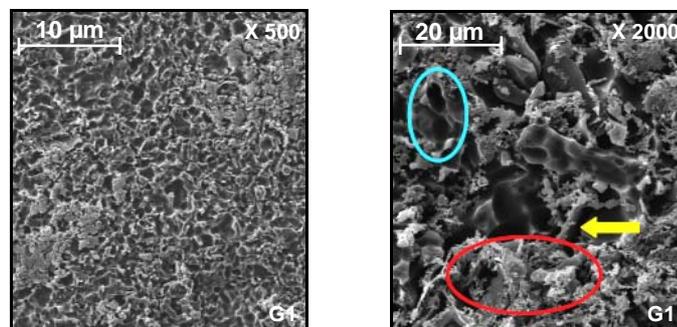


Figura 23 – Micrografia das superfícies cerâmicas do G1.

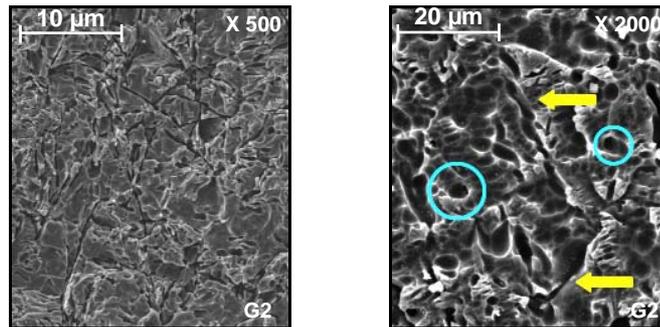


Figura 24 – Micrografia das superfícies cerâmicas do G2.

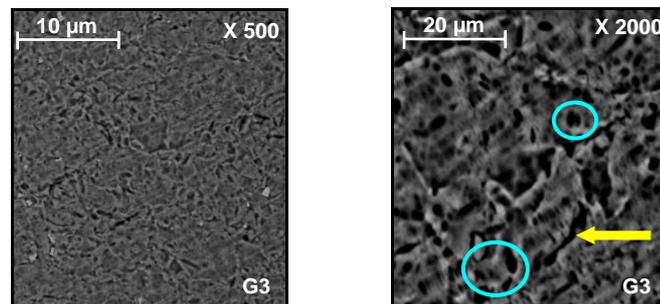


Figura 25 – Micrografia das superfícies cerâmicas do G3.

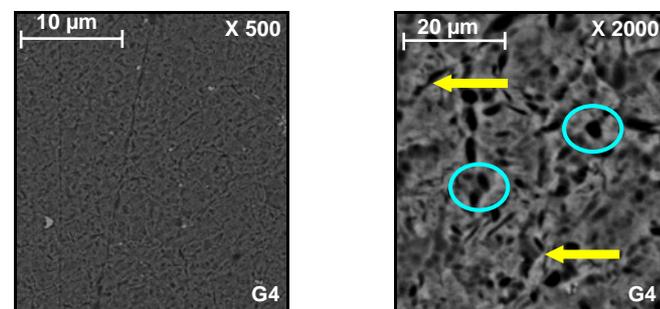


Figura 26 – Micrografia das superfícies cerâmicas do G4.

5.4 ANÁLISE QUÍMICA DA SUPERFÍCIE VIA MEV E EDS

A análise química utilizando EDS permitiu a identificação dos elementos químicos presentes na superfície do material cerâmico.

De acordo com as figuras dos espectros de raios-X, observa-se que os elementos Si, O, Na, Al e K são comuns para todos os espectros, pois caracterizam a microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica

(SiO₂) e feldspato de potássio (K₂O, Al₂O₃, 6SiO₂) ou de sódio (Na₂O, Al₂O₃, 6SiO₂) ou ambos.

Na Figura 27, referente ao espectro da amostra do G1, nota-se a presença do elemento químico flúor que é característico do precipitado ácido (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al).

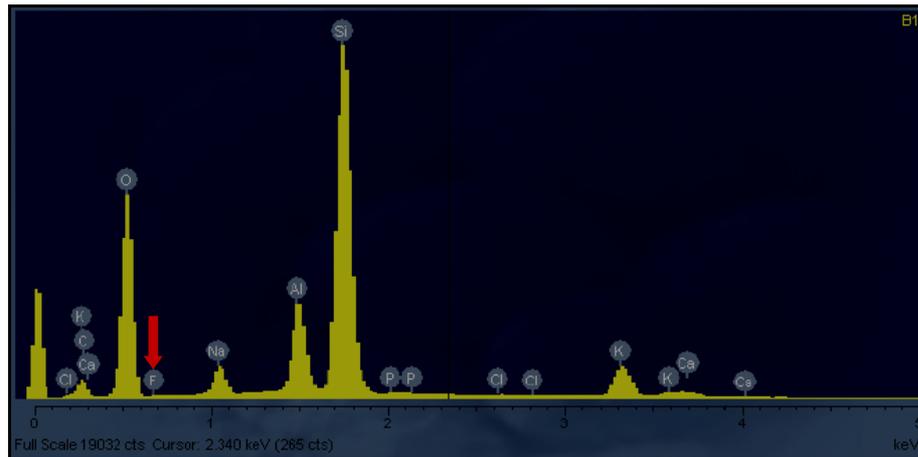


Figura 27 – Espectro de raios-X de uma amostra do G1. A seta indica a presença de íon flúor.

Quando se analisa as Figuras 28 (G2), 29 (G3) e 30 (G4) referentes aos espectros das amostras que foram submetidas à limpeza sônica com diferentes soluções, foi possível perceber a ausência do elemento químico flúor.

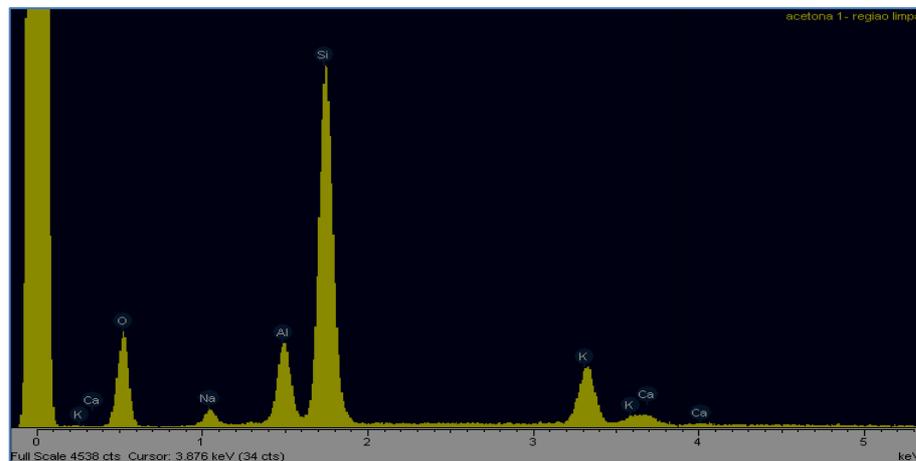


Figura 28 – Espectro de raios-X de uma amostra do G2.

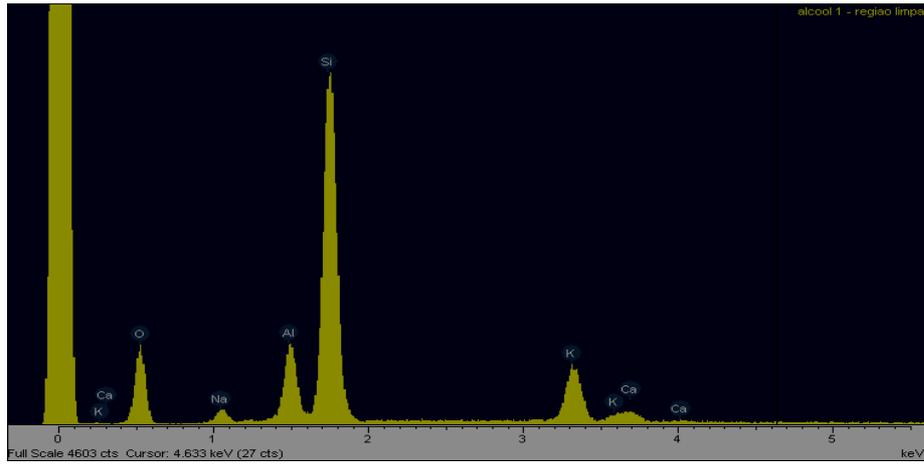


Figura 29 – Espectro de raios-X de uma amostra do G3.

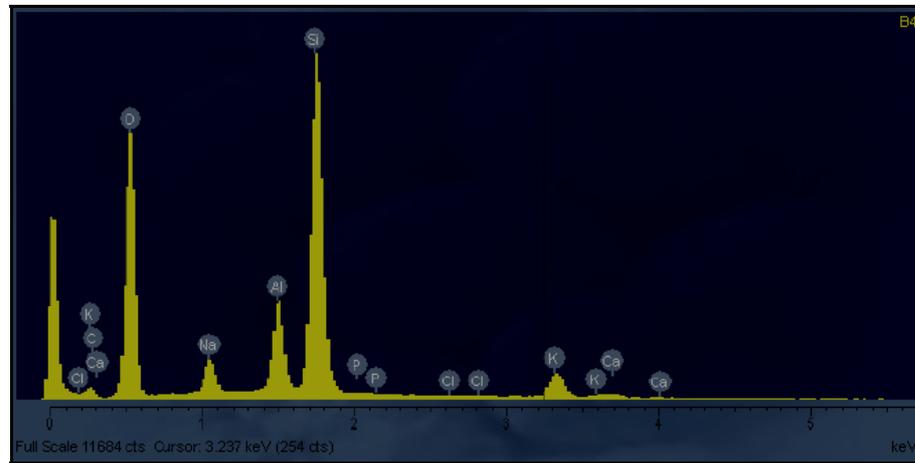


Figura 30 – Espectro de raios-X de uma amostra do G4.

6 DISCUSSÃO

6.1 ENSAIO MECÂNICO

Quando em uma investigação científica se propõe avaliar a interação adesiva entre diferentes substratos, um dos aspectos fundamentais diz respeito ao método de avaliação empregado, de modo que, o mesmo possa expressar realmente a capacidade de união entre os materiais (LEITE, 2005).

O princípio básico dos testes laboratoriais de resistência adesiva, como tração e cisalhamento, consiste na aplicação de carga em cp, visando gerar tensões na interface entre os materiais testados até que haja rompimento da união. Assim, para a realização do ensaio de resistência de união entre um sistema adesivo e substratos: dental, metálico, cerâmico ou polimérico, é importante que a interface adesiva seja a região mais solicitada, independente, do ensaio empregado (VAN NOORT et al., 1989; VERSLUIS et al., 1997).

Diversos estudos de análise de distribuição de tensões na união têm discutido profundamente estes aspectos, de modo que alguns ensaios são considerados incapazes de solicitar fielmente a interface. Por exemplo, o ensaio de cisalhamento, embora seja de fácil execução técnica, não pode ser considerado um teste mecânico ideal para este fim, por apresentar em seus resultados uma frequência muito grande de falhas coesivas nos substratos estudados sejam eles: estruturas dentais, materiais resinosos ou cerâmicos. A grande incidência de falhas coesivas relacionadas ao referido ensaio mecânico deve-se, entre outros fatores, à distribuição não uniforme dos estresses na área adesiva dos espécimes submetidos à força de cisalhamento, solicitando, desta forma, mais o substrato que a própria interface adesiva (DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; PHRUKKANON; BURROW; TYAS et al., 1998; VERSLUIS et al., 1997). Desta forma, deve-se ponderar se este ensaio permite um estudo real da condição adesiva entre os materiais ou se permite avaliar a resistência mecânica dos mesmos.

Apesar do teste de tração convencional, também apresentar 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 (VAN NOORT et al., 1989), este teste tem sido aceito por conceder informações de resistência de união global dos materiais adesivos, quando o ensaio de microtração é tecnicamente difícil de ser utilizado (DELLA BONA et al., 2002).

Na literatura, os autores comentam sobre a necessidade de padronização dos ensaios de resistência adesiva citando as seguintes variáveis: tipo de força aplicada, termociclagem, armazenamento, velocidade de aplicação da força (FOWLER et al., 1992; VAN NOORT et al., 1989). Discorrem sobre a impossibilidade de se comparar os resultados obtidos por testes de tração e cisalhamento pela ausência de padronização dos mesmos e por envolverem muitos detalhes que poderiam influir nos resultados.

A escolha do ensaio de microtração para verificar a força de resistência de união entre os materiais estudados foi embasada em vários trabalhos conclusivos quanto à sua eficiência e confiabilidade quando se analisou a força de união adesiva às estruturas dentais e cerâmicas (PHRUKKANON; BURRO; TYAS, 1998; SANO et al., 1994). 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 este trabalho (PASHLEY et al., 1995, 1999; SANO et al., 1994; VALANDRO et al., 2005).

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.

É consenso entre os autores (SANO et al., 1994; SHONO et al., 1999a, 1999b), a capacidade de avaliação real da força de adesão entre diferentes substratos proporcionada por este ensaio pois ele nos permite avaliar pequenas áreas (em torno de 1mm^2) de uma mesma superfície adesiva, induzindo menor quantidade de falhas intrínsecas na união adesiva (por sua área de avaliação ser diminuta) e provê um grande número de falhas adesivas após a fratura em detrimento das coesivas ou mistas. Neste estudo, porém, ao analisar o resultado do modo de falha, constatou-se a existência de falhas adesivas. Houve uma preocupação em: a) posicionar a linha adesiva o mais perpendicular possível à força

de tração (BIANCHI, 1999; PASHLEY et al. 1999; SHONO et al. 1999a, 1999b); b) fixar os cp mais paralelamente possíveis ao longo eixo do dispositivo de ensaio, considerando uma guia paralela presente neste; c) posicionar o dispositivo de modo mais paralelo à aplicação de carga de tração na máquina de ensaio universal de forma que as tensões sobre a interface durante o ensaio tenham sido predominantemente de tração.

O desenho dos cp em forma de “palitos” foi determinado a partir dos estudos de Pashley et al. (1999) e Shono et al. (1999a, 1999b), nos quais os autores comprovaram a versatilidade, confiabilidade e eficiência desse desenho em relação à corpos-de-prova em forma de *halteres* ou ampulheta. Os autores foram unânimes quando afirmaram que os cp obtidos por meio de uma mesma fatia dos substratos a serem estudados, girada em 90° e cortada em palitos, apresentaram superfícies adesivas mais homogêneas para estudo, uma vez que todas elas tiveram origem de uma mesma fatia. Deve-se levar também em consideração que quando se modela a área adesiva do cp com o intuito de diminuí-la, para obter-se a ampulheta ou os *halteres*, pode-se estar provocando estresses nessa área (PASHLEY et al., 1999; SHONO et al., 1999a, 1999b).

Para a obtenção dos cp em forma de “palitos” optou-se por usar um torno mecânico modificado com calibragem de corte nos eixos X e Y e precisão de corte de 0,1 mm (ANDREATTA FILHO; NISHIOKA; ALMEIDA, 2000). O mesmo foi idealizado para ser usado com qualquer tipo de equipamento de baixa rotação encontrado no comércio (peças-de-mão), permitindo também o uso de refrigeração constante, evitando assim, o superaquecimento e conseqüente desidratação dos cp.

O diâmetro dos discos usados para os cortes (22 mm) foi menor que o dos discos usados em máquinas de corte tipo *Labcut* o que proporcionou menor vibração dos mesmos durante os cortes, diminuindo assim, a possibilidade de indução de estresse na linha adesiva, o que poderia interferir nos resultados finais de resistência adesiva.

Quanto ao tamanho e formato da área adesiva estudada, vários autores afirmaram que os cp devem apresentar a mesma área adesiva com dimensões aproximadas de 1 mm², já que quanto maior ela for, maior será a probabilidade de haver pontos com maior concentração de tensões e presença de fendas, facilitando a fratura (PASHLEY et al.; 1995; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998). Isto se refletiria em menor resistência adesiva calculada para os corpos-de-prova com área

de secção transversal maior do que 1 mm^2 . Portanto, o aumento da área de secção transversal conduziria a resistências menores. O formato dessas áreas deveria ser o mais simétrico possível para evitar concentração de tensões no interior das mesmas permitindo desse modo, a obtenção de valores de resistência mais uniformes (BIANCHI, 1999), essa observação não vem ao encontro com os achados de Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998) que afirmaram que o formato da área adesiva (circular ou retangular) não influenciou em seus resultados de resistência adesiva.

Neste estudo, dedicou-se uma especial atenção ao modo de cimentação dos conjuntos cerâmica-cimento-resina composta quanto à quantidade e modo de carga aplicada. Procedeu-se a cimentação sob carga estática e constante de 750 g durante o tempo de 10 minutos, o que proporcionou uma espessura uniforme da película de cimento (KERN; THOMPSON, 1995). Para evitar resultados inconsistentes da resistência de união à tração, os excessos do agente cimentante presentes nas bordas externas da interface, foram removidos (VAN NOORT et al., 1991).

A estocagem foi estipulada em sete dias por ser este um período de tempo adequado já que não interfere na qualidade da união (KERN; THOMPSON, 1995).

6.2 PROTOCOLO DE ADESÃO

A união efetiva cerâmica/agente resinoso parece ser fator preponderante na longevidade dos trabalhos restauradores (AYAD; FAHMY; ROSENTIEL, 2008). Tal efetividade é garantida por meio de condicionamento da superfície cerâmica, o qual aumenta a energia de superfície e permite o intertravamento entre substratos quimicamente diferentes: cerâmica e agente resinoso (MATINLINNA; VALLITTU, 2007).

Dois procedimentos podem contribuir para aumentar a energia de superfície das cerâmicas ácido-sensíveis: o condicionamento físico (capaz de criar retenções micromecânicas), e o condicionamento químico (capaz de promover união química cerâmica/agente resinoso) (CHEN; MATSUMURA; ATSU, 1998b; SÖDERHOLM; RETZ, 1996). Estudos avaliaram a importância do AFL e agentes

silanos, como condicionadores de superfície, quando utilizados isoladamente ou em associação, durante o protocolo de adesão (BOSCATO, 2005; BRENTEL et al., 2007; DELLA BONA; ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA; VAN NOORT, 1998; JARDEL et al., 1999; SHIMADA; YAMAGUCHI; TAGAMI, 2002; STEWART; JAIN; HUDGES, 2002).

O efeito do condicionamento com AFL pode ser explicado pela natureza química da reação. O AFL reage com a sílica presente na microestrutura da cerâmica, formando hexafluorsilicatos. Como resultado, a superfície da cerâmica torna-se porosa e irregular, facilitando a penetração do agente de união para dentro das microrretenções produzidas pelo ácido (CHEN; MATSUMURA; ATSUTA, 1998a, 1998b).

Diferentes tempos e concentrações do AFL foram propostos para aumentar a resistência de união cerâmica/agente resinoso (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007; BOSCATO, 2005; CHEN; MATSUMURA; ATSUTA, 1998a; DELLA BONA et al., 2004; SARAÇOGLU; CURA; GOTERT, 2004; SIMONSEN; CALAMIA, 1983). Leite (2005) constatou que a alternância de tempos (20 segundos, 1 minuto, 2 minutos) de condicionamento sobre a superfície de uma cerâmica feldspática (VM7 – Vita) não proporcionou valores de resistência de união estatisticamente significantes e que o menor tempo (20 segundos) com concentração de 9.5% propiciou a formação de microporos e fendas, favorecendo a relação cimento/cerâmica. Por conseguinte, foi adotado para este estudo a utilização do AFL no tempo de 20 segundos e a concentração de 9.5%.

O uso do silano tem relevância para a técnica de cimentação adesiva. Este agente foi considerado por Jardel et al. (1999), uma molécula organofuncional que promove a adesão química entre o substrato inorgânico, que neste estudo está representado pela sílica contida na matriz vítrea da cerâmica feldspática Vita VM7 (Vita) e os polímeros orgânicos como o HEMA, que é encontrado no cimento resinoso Rely XTM ARC (3M). A capacidade do silano em promover um melhor umedecimento ou “molhamento” da superfície, permite sua maior infiltração/penetração nas porosidades criadas pelo condicionamento ácido (SÖDERHOLM; REETZ, 1996).

Foi proposto que o agente silano pudesse ser usado sem o prévio condicionamento ácido da superfície cerâmica (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA 1995; MOHARAMZADEH et al., 2008), acreditando-se que falhas coesivas no

substrato cerâmico, durante ensaios mecânicos, pudessem estar associadas a um possível enfraquecimento da cerâmica causado pela ação do ácido (MOHARAMZADEH et al., 2008). Embora o agente silano fosse capaz de unir quimicamente superfícies orgânica e inorgânica, sozinho, ele promoveria uma adesão inicial forte, mas que poderia se deteriorar com o tempo (MATINLINNA; VALLITTU, 2007).

Para as cerâmicas feldspáticas, o condicionamento com AFL seguido de silanização, tem sido o tratamento de superfície mais utilizado, oferecendo os maiores valores de resistência de união (BRETEL et al., 2007; DELLA BONA; ANUSAVICE; HAAS, 2002; JARDEL et al., 1999). Portanto, este protocolo, já consagrado pela literatura, foi o utilizado neste estudo.

6.3 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Uma variedade de métodos de limpeza da superfície cerâmica tem sido eleita (KAMADA; YOSHIDA; ATSUTA, 1998; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; PANAHA; REZAI; AHMADIAN, 2008; SWIFT; WALLS; McCABE, 1995), com o propósito de descontaminação e aumento da energia de superfície da cerâmica, facilitando a interação cerâmica/agente resinoso. Tais procedimentos podem ocorrer anteriormente ao protocolo de adesão utilizando soluções como água destilada (PANAHA; REZAI; AHMADIAN, 2008), acetona (KAMADA; YOSHIDA; ATSUTA, 1998; SWIFT; WALLS; McCABE, 1995) e álcool (ATSUTA, 2000; KATO; MATSUMURA;) em cuba ultra-sônica.

Estudos sugerem a limpeza sônica, durante o protocolo de adesão e após o condicionamento da superfície cerâmica com AFL (AYAD; HAHMY; ROSENSTIEL, 2008; CHEN, 1998a; DELLA BONA; VIBAN NORTE, 1998), a fim de eliminar os precipitados ácidos (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; GARÓFALO, 2006; LEITE, 2005; MAGNE; CASCIONE, 2006; SAAVEDRA, 2006). Neste estudo, três soluções sugeridas para a limpeza da superfície cerâmica (água destilada, acetona e álcool) foram testadas para a eliminação dos precipitados, com o objetivo de avaliar sua influência na resistência de união entre cerâmica/agente cimentante.

Já comprovados e evidenciados pela literatura (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001), os precipitados ácidos são *debris* orgânicos ou sais de flúor silicatos resultantes da reação do AFL com a superfície cerâmica. Estes ficam depositados na entrada dos microporos, podendo causar diminuição na resistência de união cerâmica/agente resinoso. A necessidade de eliminar estes precipitados se faz evidente, já que testes mecânicos utilizados para estudar a adesão (LEITE, 2005; SAAVEDRA, 2006) mostram valores de resistência de união estatisticamente elevados quando se compara a limpeza sônica pós-condicionamento ácido à limpeza convencional com o *spray* ar/água, com a qual tais precipitados não foram completamente eliminados. Corroborando com esses resultados, Leite (2005), Magne e Cascione (2007) e Saavedra (2006) enfatizam a importância da limpeza sônica pós-condicionamento ácido a fim de evitar possíveis falhas clínicas. O tempo de limpeza em cubra ultrassônica preconizado pelos autores: quatro minutos, foi, portanto, o adotado neste estudo. Os estudos de Aida, Hayakawa e Mizukawa (1995), mostraram que a limpeza sônica não influenciou nos valores de resistência de união. Entretanto, foi utilizado teste de cisalhamento o qual resultou em falhas coesivas na cerâmica e não na interface adesiva.

A limpeza sônica dos precipitados ácidos com água destilada (G2) foi estatisticamente significativa ($p = 0,0001$) apresentando valor médio de resistência de união (18,75 Mpa) superior ao valor obtido pela limpeza jato ar-água (G1) (16,60 MPa), corroborando com os resultados de Leite (2005) e Saavedra (2006). Este fato pode ter ocorrido tendo em vista que, segundo Peumans et al. (1999), a limpeza sônica com água destilada favorece a remoção dos precipitados ácidos, facilitando a penetração do agentes de união pelos microporos e aumentando o intertravamento cerâmica/agente resinoso.

A utilização das soluções de acetona 99,5% e álcool 70% foi citada em procedimentos prévios ao condicionamento ácido (KAMADA; YOSHIDA; ATSUTA, 1998) e pós-condicionamento (AYAD; FAMI; ROSENTIEL, 2008; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; MOHARAMZADEH et al., 2008), mas sem relação com os valores de resistência de união. Swift, Walls e McCabe (1995) utilizando o teste de cisalhamento, concluíram que a acetona produziu redução significativa na resistência de união cerâmica/cimento resinoso. Entretanto, neste estudo, a acetona foi utilizada para descontaminação, previamente ao protocolo de adesão, e não com o intuito de eliminar os precipitados ácidos após condicionamento. Swift, Walls e

McCabe (1995) sugeriram que a acetona poderia ter reagido com resíduos orgânicos na superfície cerâmica e interferido na resistência de união.

Sendo assim, pela ausência na literatura, de trabalhos com o mesmo enfoque, os valores de resistência de união obtido pelo efeito da limpeza sônica com acetona 99,5% e álcool 70% não puderam ser comparados aos de outros autores.

Interpretando os valores de resistência de união na Tabela 3, verificou-se que os grupos controle (G1), acetona 99,5% (G3) e álcool 70% (G4) não apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre si ($p > 0,05$), 16,60 Mpa, 16,09 Mpa e 15,75 Mpa, respectivamente. Entretanto, quando se comparou os valores de resistência de união obtidos pela limpeza sônica com acetona 99,5% e com álcool 70%, em relação ao valor obtido com água destilada, estes demonstraram diferenças estatisticamente significantes ($p = 0,0001$). Como pode ser observado, houve um aumento do valor de resistência de união para a limpeza sônica com água destilada. Apesar da ação física do ultra-som facilitar a eliminação dos precipitados ácidos (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001), a composição química das diferentes soluções pode ter interferido na qualidade da limpeza sônica.

Pode-se afirmar que as soluções utilizadas neste estudo foram cuidadosamente manipuladas, e conseqüentemente, não poderiam conter *debris* intrínsecos ou qualquer contaminação, que pudessem ser depositados na superfície cerâmica. É possível suspeitar que a acetona 99,5% e o álcool 70% residuais presentes na superfície cerâmica, após limpeza sônica e secagem, possam ter interagido com os precipitados ácidos residuais e formado uma fina película, obliterando os microporos e impedindo a penetração do agente cimentante. Por conseguinte, houve uma diminuição dos valores de resistência de união para os grupos acetona e álcool. Observação semelhante foi feita por Saavedra (2006), ao encontrar baixos valores de resistência de união quando executou a neutralização do AFL com solução de bicarbonato de sódio sem limpeza sônica. Tal achado foi associado à possível reação do bicarbonato de sódio com os precipitados ácidos, diminuindo, desta forma, a resistência de união.

É possível que a solução de acetona 99,5% e álcool 70%, por serem apolares, tenham menor capacidade de dissolução dos precipitados ácidos em relação à água destilada que é polar (polar dissolve polar e apolar dissolve apolar). Valorizar esta possibilidade permite sugerir que a incompleta eliminação dos

precipitados ácidos possa ter impedido que os valores de resistência de união se elevassem como ocorreu na limpeza sônica com água destilada.

Outra possibilidade seria a capacidade da acetona 99,5% e do álcool 70% (apolares) residuais na superfície, terem reagido com os polímeros do agente cimentante (apolares), alterando a interface adesiva.

6.4 ANÁLISE TOPOGRÁFICA POR MEV

A análise em microscópio eletrônico de varredura é importante nos estudos de resistência de união cerâmica/agente cimentante (AYAD; FAHMY; ROSENSTIEL, 2008; PANAHI; REZAI; AHMADIAN, 2008; PEUMANS et al., 1999), pois permite a descrição topográfica do material estudado e do modo de falha sendo, portanto, utilizada nesta pesquisa.

Quanto ao modo de falha, a análise das imagens obtidas pelo MEV, permitiu observar 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 tração com amostras reduzidas promoveria maior incidência de fraturas adesivas ou mistas do que os ensaios convencionais de resistência de união, os quais nos fornecem grande incidência de fraturas coesivas (PASHLEY et al. 1999; PURKKANON et al., 1998; SANO et al., 1994; SHONO et al., 1999a, 1999b).

A avaliação da superfície cerâmica pós-condicionamento ácido e sem limpeza sônica mostrou alterações morfológicas: microporos, sulcos, fendas e precipitados resultantes da dissolução seletiva da matriz vítrea provocada pela ação do AFL, o que corrobora com Canay, Hersek e Ertan (2001), Della Bona e Anusavice (2002) e Della Bona, Anusavice e Hood (2002).

A presença dos precipitados ácidos no G1, obliterando microporos provavelmente dificultou a penetração do agente união, sendo uma possível causa para diminuição da retenção mecânica entre cerâmica/agente cimentante. Após a limpeza sônica com água destilada das amostras cerâmicas (G2) verificou-se melhor visualização dos sulcos e microporos. Isto, provavelmente, favoreceu o intertravamento mecânico cerâmica/agente cimentante, levando a valores de

resistência de união superiores para este grupo em relação aos outros grupos. Este achado também foi verificado nos estudos de Canay, Hersek e Ertan (2001), Leite, 2005; Saavedra (2006).

A ausência de estudos qualitativos de MEV a cerca da limpeza sônica com as soluções acetona 99,5% e álcool 70% sobre a superfície cerâmica após condicionamento ácido, impossibilitou a comparação e interpretação das micrografias obtidas a partir de estudos prévios.

Quando observadas as micrografias das amostras submetidas à limpeza sônica com acetona 99,5% (G3) e álcool 70% (G4), também foi possível visualizar com maior nitidez os microporos, fendas e sulcos, e redução dos precipitados. Vale ressaltar as limitações deste estudo, pois o mesmo apresenta análises ilustrativas de algumas amostras. Tendo em vista que estes dois grupos não interferiram nos valores de resistência de união, pode-se suspeitar que, moléculas de acetona e álcool tenham ficado aprisionadas nas profundidades dos microporos, podendo ter influenciado na qualidade de união cerâmica/agente resinoso.

6.5 ANÁLISE QUÍMICA DA SUPERFÍCIE VIA MEV E EDS

A análise química via MEV e EDS foi realizada em uma amostra cerâmica de cada grupo do estudo. Com relação ao espectro referente a essa amostra, 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).

A análise dos espectros de raios-X das amostras cerâmicas do G1 (sem limpeza sônica) evidenciou a presença dos elementos químicos do precipitado ácido (F, Na, K, Ca e Al) que são produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al. Houve uma dificuldade em se detectar as linhas características de raios-X do íon Flúor, pois ele é um elemento químico muito leve o que faz com que suas linhas espectrais sejam pouco intensas. Quando se analisou os espectros de raios-X referentes às amostras cerâmicas que foram submetidas a limpeza sônica com água destilada, acetona 99,5% e álcool 70% (G2, G3 e G4, respectivamente), observou-se

que não havia mais a presença do Flúor, demonstrando que a limpeza sônica pode ter removido o precipitado ácido, o que corroborou com o estudo de Canay, Hersek e Ertan (2001), Leite (2005) e Saavedra (2006).

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, pode-se afirmar que, limpeza sônica com água destilada influenciou a resistência de união entre a cerâmica/agente cimentante de maneira significativa, tornando-se, este procedimento, importante para a eliminação dos precipitados ácidos, de forma a garantir efetividade na cimentação e longevidade dos trabalhos restauradores. As soluções acetona 99,5% e álcool 70% não influenciaram nos valores de resistência de união. No entanto, sugerem-se mais estudos, empregando estas e/ou outras soluções na limpeza sônica dos precipitados do AFL, que avaliem a possibilidade de aumentar os valores de resistência de união, favorecendo o protocolo de adesão.

7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos neste estudo, a hipótese experimental foi confirmada parcialmente:

- A limpeza sônica dos precipitados do AFL com água destilada influenciou, aumentando os valores de resistência de união entre a cerâmica feldspática e o cimento resinoso;
- A limpeza sônica dos precipitados do AFL com acetona 99,5% e álcool 70% não aumentou os valores de resistência de união entre a cerâmica feldspática e o cimento resinoso.

REFERÊNCIAS³

ADDISON, O. MARQUIS, P. N.; FLEMING, G. J. P. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. **Dent Mater**, Washington, v. 23, n. 4, p. 461-468, Apr. 2007.

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.

ANDREATTA FILHO, O. D.; NISHIOKA, R. S.; ALMEIDA, E. E. S. Construção de um torno mecânico para realizar preparos dentais padronizados. **Pesq Odontol Bras**, São Paulo, v. 14, supl. 1, p. 17, 2000.

ANUSAVICE, K. J. Cerâmicas odontológicas. In: _____. **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.

BIANCHI, J. **Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de prensão e formato do corpo-de-prova**. 1999. 122 f. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Bauru, 1999.

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.

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.

BOTTINO, M. A. et al. **Estética em Reabilitação Oral – Metal Free**. São Paulo: Artes Médicas, 2002.

³ De acordo com NRB-6023, da Associação Brasileira de Normas Técnicas, agosto de 2002. Abreviaturas dos títulos dos periódicos em conformidade com o MEDLINE.

BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F.; BUSO, L. Prótese Metal Free: Tratamento da superfície cerâmica pré-cimentação. In: _____. **Atualização na Clínica Odontológica**. São Paulo: Artes Médicas, 2004. p. 369-411.

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

CALAMIA, J. R.; SIMONSEN, R. J. Effect of coupling agents on bond strength of etched porcelain. **J Dent Res**, Washington, v. 63, n. 2, p.179, Feb. 1984.

CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 28, n. 1, p. 95-101, Jan. 2001.

CHEN, J. H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to machinable porcelain. **J Dent**, London, v. 28, n. 1, p. 53-58, Jan. 1998a.

_____. Effect of etchant, etching period and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. **Oper Dent**, v. 23, n. 5, p. 250-257, Sep./Oct .1998b.

CORRER SOBRINHO, L. et al. Materiais Cerâmicos. In: _____. **Odontologia Estética: o Estado da Arte**. São Paulo: Artes Médicas, 2004. cap. 6, p.156-180.

DELLA BONA, A. et al. Alterações topográficas provocadas por ácidos na superfície de diferentes cerâmicas. **Pesq Odontol Bras**, São Paulo, v. 18, supl. 1, p. 137, 2004.

_____. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to resin cement. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.15, n. 3, p. 248-253, May/June 2002.

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

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; HOOD, J. A. A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.15, n.3, p.248-53, May/June. 2002.

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

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Ceramic surface preparations for resin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v. 11, n. 1, p. 276-280, Jan./Fev. 1998.

_____. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J Dent Res**, Chicago, v. 74, n. 9, p. 1591-1596, Sep. 1995.

DÜNDAR, M. et al. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 25, n. 5, p. 630-363, May 2006.

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

GARCIA, F. C. P. et al. Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/dentina. **Rev Fac Odontol Bauru**, Bauru, v. 10, n. 3, p.18-27, mar. 2002.

GARÓFALO, J. C. Cimentação adesiva. 2006. Disponível em:
<http://www.laboratorioalianca.com.br/garofalo01_p.htm>. Acesso em: 10 ago. 2007.

JARDEL, V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int J Prosthodont**, Lombard, v. 2, n. 1, p. 59-64, Jan./Fev. 1999.

KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 79, n. 5, p. 508-13, May 1998.

KATO, H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effects of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 27, n. 2, p. 103-110, Feb. 2000.

KERN, M.; THOMPSON, V. P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 73, n. 3, p. 240-249, Mar. 1995.

KITAJIMA, E. W.; LEITE, B. **Curso Introductório de Microscopia Eletrônica de Varredura**. 2. ed. Piracicaba: ESALQ/USP, 1999.

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

LEITE, F. P. P. et al. Resistência à microtração entre dois cimentos resinosos e uma cerâmica dissilicato de lítio. **Rev Odonto Cienc Odontol Univ Metodista São Paulo**, São Paulo, v. 1, n. 21, p. 41-50, jan./jun. 2003.

MAGNE, P.; BELSER, U. Prova e procedimentos de cimentação adesivos. In: _____. **Restaurações adesivas de porcelana na dentição anterior: uma abordagem biomimética**. Berlin: Quintessence, 2003, p. 335-70.

MAGNE, P.; CASCIONE, D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 96, n. 5, p. 354-361, Nov. 2006.

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.

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

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

PANAHA, F. G.; REZAI, S. M.; AHMADIAN, L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. **J Prosthodont**, Philadelphia, v. 17, n. 5, p. 409-414, July 2008.

PASHLEY, D. H. et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater**, Washington, v. 1, n. 3, p.17-25, Mar. 1995.

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

PEUMANS, M. et al. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. **Dent Mater**, Washington, v. 15, n. 2, p. 105-109, Mar.1999.

PHOENIX, R. D.; SHEN, C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. **Int J Prosthodont**, v. 8, n. 2, p.187-194, Mar./Apr. 1995.

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

PRAKKI , A; CARVALHO, R. M. Cimentos resinosos dual: características e considerações clínicas. **Rev Fac Odontol São José dos Campos**, São José dos Campos, v. 4, n. 1, p. 21-26, jan./abr. 2001.

ROSA, V.; DELLA BONA, A.; PENZETA, C. Tenacidade de fratura e dureza de uma nova cerâmica de uso odontológico. **Pesq Odontol Bras**, São Paulo, v. 18, supl. 1, p. 37, 2004.

ROSENSTIEL, S. F.; LAND, M. F.; CRISPIN, B. J. Dental luting agents: a review of current literature. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 80, n. 3, p. 280-301, Sep. 1998.

SAAVEDRA, G. S. F. A. **Efeito da neutralização e limpeza sônica do precipitado do AFL sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso**. 2006, 135 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, 2006.

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.

SARAÇOGLU, A.; CURA, C.; GÖTERT, H. S. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 31, n. 8, p. 790-797, Aug. 2004.

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

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

_____. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res**, Washington, v. 78, n. 2, p. 69-705, Feb. 1999b.

SIMONSEN, R. J.; CALAMIA, J. R. Tensile Bond Strength of etched porcelain. **J Dent Res**, Washington, v. 62, n. 1154, p. 297, 1983.

SÖDERHOLM, K. M.; RETZ, E. A. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. **Gen Dent**, Chicago, v. 4, n. 4, p. 296-302, July/Aug. 1996.

STANGEL, I.; NATHANSON, D.; HSU, C. S. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. **J Dent Res**, Washington, v. 66, n. 9, p.1460, Sep. 1987.

STEWART, G. P.; JAIN, P.; HODGES, J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. **J Prosthet Dent**, Lombard, v. 88, n. 3, p. 277-284, Sep. 2002.

SWIFT, B.; WALLS, A. W.; McCABE, J. F. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. **Br Dent J**, London, v. 179, n. 6, p. 203-208, Sep. 1995.

TAY, F. R. et al. Effect of smear layers on the bonding of a self etching primer to dentin. **J Adhes Dent**, New Malden, v. 2, n. 2, p. 9-16, Apr./June 2000.

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

VAN NOORT, R. **Introduction to Dental Materials**. 2. ed. Londres: Mosby, 2002. 298 p.

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

_____. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res**, Washington, v. 70, n. 5, p. 89-93, May 1991.

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.

ANEXOS

ANEXO A – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Oneway

Descriptives

VAR00001

	N	Mean	Std. Deviation	Minimum	Maximum
1,00	5	16,6060	,52719	15,90	17,23
2,00	5	18,7540	,37065	18,26	19,20
3,00	5	16,0960	,92611	15,03	17,17
4,00	5	15,7520	1,38480	13,96	17,34
Total	20	16,8020	1,45115	13,96	19,20

ANOVA

VAR00001

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	P
Between Groups	27,248	3	9,083	11,387	,000
Within Groups	12,763	16	,798		
Total	40,011	19			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: VAR00001

		Mean Difference (I-J)		P
Tukey HSD	1,00	2,00	-2,14800(*)	,008
		3,00	,51000	,804
		4,00	,85400	,454
	2,00	1,00	2,14800(*)	,008
		3,00	2,65800(*)	,001
		4,00	3,00200(*)	,000
	3,00	1,00	-,51000	,804
		2,00	-2,65800(*)	,001
		4,00	,34400	,928
	4,00	1,00	-,85400	,454
		2,00	-3,00200(*)	,000
		3,00	-,34400	,928

* The mean difference is significant at the .05 level.