

SILVIA MASAE DE ARAUJO MICHIDA

**EFEITO DO TRATAMENTO DE
SUPERFÍCIE DE RESINA COMPOSTA DE
USO INDIRETO NA RESISTÊNCIA À
MICROTRAÇÃO A UM CIMENTO
RESINOSO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

SILVIA MASAE DE ARAUJO MICHIDA

**EFEITO DO TRATAMENTO DE
SUPERFÍCIE DE RESINA COMPOSTA DE
USO INDIRETO NA RESISTÊNCIA À
MICROTRAÇÃO A UM CIMENTO
RESINOSO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Eidi Takahashi

São José dos Campos

2007

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:

Bellini AB. Manual para elaboração de monografias: estrutura do trabalho científico. São José dos Campos: FOSJC/UNESP; 2006.

Michida, Silvia Masae de Araujo

Efeito do tratamento de superfície de resina composta de uso indireto na resistência à microtração a um cimento resinoso / Silvia Masae de Araújo Michida; orientador: Fernando Eidi Takahashi. _ São José dos Campos, 2007.

142p. ; IL.

Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Odontologia, em Odontologia Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007.

1. Resinas compostas indiretas – 2. Tratamento de superfície – 3. Cimento resinoso

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 12/11/2007.

Assinatura:

E-mail: silviamasae@yahoo.com

DEDICATÓRIA

A Deus, pelo presente da vida, sua presença e sua imensa bondade iluminando meus passos, durante toda esta trajetória, guiando-me pelos caminhos da fé.

Aos meus pais, Silvio Masaru Michida e Amélia Maria de Araujo Michida, pela dedicação de suas vidas à minha formação, tanto pessoal quanto profissional, que nunca mediram esforços sempre me apoiando e me incentivando a prosseguir, dedico este trabalho, com minha admiração, eterna gratidão e imenso amor.

Ao meu irmão, Giuliano Masaru de Araujo Michida, por sempre me apoiar e incentivar nos meus estudos, ainda servindo como exemplo de perseverança.

À minha irmã, Cristina Masue de Araújo Michida, pela amizade no mais sentido verdadeiro da palavra, conselhos, paciência e momentos inesquecíveis que estão guardados com muito carinho na minha memória.

Aos meus tios, Maria Aparecida de Araújo Andrade e Feliciano Andrade, pelo apoio, carinho e admiração. Por confiarem no meu potencial como ser humano e como profissional.

Aos meus tios, Yosito Takamura e Maria Helena Takamura, por seus conselhos, carinho e atenção. Além, de tios, são como pais para mim.

MINHA ETERNA GRATIDÃO...

*Ao meu pai **Silvio Masaru Michida**, pelo exemplo de profissional, de pai e de fé. Um ser humano extraordinário, com imensa capacidade de perdoar e espírito de benevolência. A minha SUPER mãe, **Amélia Maria de Araujo Michida**, por todo o esforço, dedicação, amor e compreensão. Preocupada com nosso bem-estar, abdicou de muitas coisas para permitir meu crescimento pessoal e profissional. Obrigada por me ouvir e compartilhar comigo os momentos de alegria e tristeza Amo vocês do fundo da minha alma.*

*Aos meus irmãos **Giuliano Masaru de Araujo Michida** e **Cristina Masue de Araujo Michida** pela paciência, incentivo, apoio e momentos especiais que ficarão eternamente em minha mente.*

*Ao meu orientador Prof. Assistente Dr. **Fernando Eidi Takahashi**, pelas orientações e atenção dispensadas durante o curso. Tido como exemplo de profissional e ser humano, principalmente pelo caráter, que pretendo seguir como exemplo em minha trajetória.*

*À Profa. Dra. **Mutlu Özcan**, pela co-orientação e pela confiança depositada em mim. Exemplo de dedicação à pesquisa.*

*Ao Prof. Adjunto Dr. **Marco Antonio Bottino**, pela oportunidade, exemplo de profissional, extremamente preocupado com o aprimoramento do ensino de pós-graduação nesta instituição. Pela dedicação à pesquisa, apoio e amizade no transcorrer do curso.*

*Ao meu amigo Prof. **Ivan Balducci**, pelos conselhos, carinho e atenção. Sempre disposto a ajudar. Responsável pela parte estatística desta pesquisa.*

*Ao meu grande amigo **Rodrigo Othávio de Assunção e Souza**, pelo companheirismo, amizade e incentivo. Um exemplo de determinação e garra. Considerado um irmão de coração. Responsável pela execução das fotografias.*

*Aos meus grandes amigos **Geraldo Henrique Leão Lombardo e Anderson Castilho** pelo companheirismo, palavras de apoio e bons momentos compartilhados durante o curso e fora dele.*

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, através de seu diretor, Prof. Adjunto **Paulo Vilela Santos Junior**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, coordenado pelo Prof. Adjunto **Clóvis Pagani**, pela oportunidade concedida.

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, sob chefia do Prof. Assistente **Lafayette Nogueira Junior**.

Aos Professores da Disciplina de Prótese Parcial Fixa, Professor Assistente **Fernando Eidi Takahashi** e Professor Assistente **Tarcísio José de Arruda Paes Júnior**, pelos ensinamentos transmitidos, convívio e amizade.

Aos **Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora**, pelos ensinamentos transmitidos.

À Profa. Adjunto Dra. **Deborah Dibbern Brunelli**, do Departamento de Química do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), pela atenção tão carinhosamente dispensada durante a elaboração desta pesquisa e pelas palavras de apoio que me incentivaram a estudar química orgânica intensivamente.

Ao Prof. Dr. **Pedro Augusto de Paula Nascente**, associado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR) pela receptividade, empenho e dedicação durante a realização do XPS.

Ao Prof. Dr. **Richard Landers**, do Departamento de Física Aplicada do Instituto de Física Gleb Wataghin (IFGW), da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), pelo auxílio e prestabilidade para análise em XPS.

Ao Prof. Dr. **Evaldo José Corat**, Pesquisador Titular do Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), pelo auxílio na investigação metodológica por meio do Raman.

Ao Prof. Dr. **Paulo Motisuke**, pesquisador do Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), pelo auxílio na investigação metodológica por meio do FTIR.

À Profa. Dra. **Mirabel Cerqueira Rezende**, pesquisadora do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), Divisão de Materiais - AMR, do Centro Técnico Aeroespacial (CTA), pelas considerações tão importantes referentes à metodologia desta pesquisa.

À Diretora Técnica de Serviços de Biblioteca e Documentação, **Ângela de Brito Bellini**, da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, por realizar as correções com competência e dedicação.

À Ivoclar Vivadent, por meio de sua funcionária **Camila Madruga**, pelos materiais fornecidos para a realização desta pesquisa.

Aos meus amigos **Sarina Maciel Braga Pereira, Susana Salazar Marocho, Sheila Pestana Passos, Sandra Costa Zamboni, Aleska Dias Vanderlei, Cristiane de Carvalho Fonseca, Carolina Chaves, Regina Amaral, Lucas Zogheib, Guilherme Saavedra, Alfredo Mikail Melo Mesquita** pela boa convivência e prestabilidade no decorrer do curso.

A todos os colegas de **Pós-Graduação**, pelos momentos de descontração que passamos juntos e pelo constante apoio e incentivo.

Às secretárias da seção de pós-graduação, **Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Erena Michie Hasegawa e Maria Aparecida Consiglio de Souza**, pelas informações e atenção prestadas.

À secretária **Suzana Cristina de Oliveira**, do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pela atenção e palavras de apoio.

Aos **funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese** pela ajuda na execução de todas as tarefas.

À **CAPES** pelo apoio no curso de Pós-Graduação.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS

“Os que se encantam com a prática sem a ciência são como os timoneiros que entram no navio sem timão nem bússola, nunca tendo certeza do seu destino”.

Leonardo da Vinci

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS	14
LISTA DE FIGURAS.....	18
LISTA DE QUADROS.....	24
LISTA DE TABELAS.....	25
RESUMO.....	27
1 INTRODUÇÃO	28
2 REVISÃO DA LITERATURA	31
2.1 Tratamento de superfície	31
2.2 Microtração	53
3 PROPOSIÇÃO	58
4 MATERIAIS E MÉTODO	59
4.1 Materiais	59
4.2 Método	62
4.2.1 Obtenção dos blocos de resina composta indireta	63
4.2.2 Obtenção dos blocos de resina composta direta	67
4.2.3 Cimentação dos blocos	68

4.2.4 Obtenção dos corpos-de-prova para o teste de microtração (palitos)	70
4.2.5 Ensaio de microtração	72
4.2.6 Delineamento experimental	74
4.2.7 Análise estatística	74
4.2.8 Análise microscópica	75
4.2.8.1 Análise por microscopia óptica	75
4.2.8.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV)	75
4.2.9 Análise química da superfície de RCI.....	76
4.2.9.1 Análise química de superfície via EDS.....	76
4.2.9.2 Análise química via Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS).....	77
5 RESULTADOS	80
5.1 Análise topográfica com MEV	90
5.2 Análise química (EDS) das superfícies da RCI	92
5.3 Análise da superfície por meio de XPS	96
6 DISCUSSÃO	98
7 CONCLUSÃO	112
8 REFERÊNCIAS	113
APÊNDICE.....	123
ABSTRACT	142

LISTA DE ABREVIATURAS

Al = Alumínio

Al₂O₃ = Óxido de alumínio

ANOVA = Análise de Variância

Bar = Medida de pressão

Bis-GMA = Bis-fenol glicidilmetracrilato

CP = Corpo (s)-de prova

DC = Grau de conversão

EDS = Espectroscopia por Energia Dispersiva

eV = Elétron-voltz

g = Gramas

h = Hora

He= Hélio

HF = Ácido fluorídrico

hν = Ultra-violeta (radiação)

Kα = “K” alfa

Kgf = Quilograma força

kV = Kilovoltz

LED = Luz de emissão de diodo

mA = Miliampere

Mg = Magnésio

mL = Mililitro

mm = Milímetro

mm² = Milímetro quadrado

mm/min. = Milímetros por minuto

min. = Minuto

MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa = Megapascal

nm = Nanometro

mW/cm² = Miliwatz por centímetro quadrado

Pa = Pascal (medida de pressão)

pH = Potencial hidrogeniônico

psi = Pressão (medida)

RCD = Resina composta direta

RCI = Resina composta indireta

SiO₂ = Óxido de sílica

TEGDMA= Trietilglicidil-dimetacrilato

UDMA = Uretano dimetacrilato

UPS = *Ultraviolet photoelectron spectroscopy*

XPS = Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios-X

°C = Graus Celsius

% = Porcentagem

µm = Micrometro

E_k = Energia cinética do fotoelétron

$h\nu$ = Energia do fóton incidente

E_b = Energia de ligação deste elétron em relação ao nível de vácuo.

C 1s = Carbono C1s

O 1s = Oxigênio 1s

N 1s = Nitrogênio 1s

F 1s = Flúor 1s

Cl 2s, 2p = Cloro 2s 2p

Si 2p = Sílica 2p

S = Enxofre

P = Fósforo

Si = Silício

Al = Alumínio

Na = Sódio

K = Potássio

Br = Bromo

Sn = Estanho

Cr = Cromo

Ni = Níquel

Ti = Titânio

Zn = Zinco

Ca = Cálcio

Sb = Antimônio

Ge = Germânio

Al-K α = Alumínio K α

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1- Padrão de resina acrílica para obtenção dos blocos de resina composta	62
FIGURA 2- Seqüência de confecção dos blocos de resina composta indireta: a) moldagem do bloco de resina acrílica; b) molde obtido; c) preenchimento do molde com RCI; d) pré-polimerização na unidade Visio Alfa; e) molde preenchido; f) polimerização final na unidade Visio Beta	64
FIGURA 3- Tratamento superficial: a) HF 10% em gel; b) lavagem; c) secagem	66
FIGURA 4- Jateamento com óxido de alumínio (Cojet Sand) por 10s a uma distância de 10 mm com pressão de 2,8 bars	66
FIGURA 5- Confecção de resina composta direta: a) moldagem do padrão acrílico; b) adaptação da RCD no interior do molde; c) fotopolimerização; d) molde preenchido	67
FIGURA 6- Seqüência de cimentação dos blocos: a) aplicação de silano; b) aplicação do agente adesivo; c) aplicação do cimento resinoso; d) posicionamento em delineador adaptado com carga de 750 g; e) fotoativação	69

FIGURA 7- Máquina de corte adaptada	70
FIGURA 8- Seqüência de preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de microtração: a) conjunto RCI/cimento/RCD fixado na base metálica; b) corte do conjunto RCI/cimento/RCD; c) corte da fatia obtida pelo corte do bloco de RCI/cimento/RCD; d) obtenção dos 9 palitos após corte das fatias	72
FIGURA 9- Paquímetro adaptado para o teste de microtração ...	73
FIGURA 10- Distribuição dos valores em torno das respectivas médias (gráfico de pontos, <i>dotplot</i>) e correspondente gráfico de colunas (<i>média±dp</i>) dos valores de resistência adesiva referentes às condições experimentais	82
FIGURA 11- Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos valores resíduos (normalidade) do modelo ANOVA	83
FIGURA 12- Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade)	84

FIGURA 13- Porcentagem de falhas encontradas nas amostras em cada grupo. C: cimento resinoso; V: resina composta indireta VMLC; W: resina composta direta W3D	87
FIGURA 14- Número de falhas encontradas, segundo o substrato resinoso	88
FIGURA 15- Fratura coesiva em RCD (W3D)	88
FIGURA 16- Fratura coesiva em cimento resinoso: a) vista lateral; b) resquícios de cimento resinoso sobre RCI; c) resquícios de cimento resinoso sobre RCD	89
FIGURA 17- Fratura coesiva em RCI (VMLC)	89
FIGURA 18- Superfície da RCI do grupo 1: a) 500x e b) 2000x	90
FIGURA 19- Superfície de RCI do grupo 2: a) 500x e b) 2000x	90
FIGURA 20- Superfície de RCI do grupo 3: a) 500x e b) 2000x	91
FIGURA 21- Superfície de RCI do grupo 4: a) 500x e b) 2000x	91
FIGURA 22- Superfície de RCI do grupo 5: a) 500x e b) 2000x	91
FIGURA 23- Superfície de RCI do grupo 6: a) 500x e b) 2000x	92
FIGURA 24- EDS da superfície da RCI não tratada (Grupo1).....	93

FIGURA 25- EDS da superfície da RCI tratada com HF 60s (Grupo 2).....	94
FIGURA 26- EDS da superfície da RCI tratada com HF 90s (Grupo 3).....	94
FIGURA 27- EDS da superfície da RCI tratada com HF 120s (Grupo 4)	95
FIGURA 28- EDS da superfície da RCI tratada com HF 180s (Grupo 5)	95
FIGURA 29- EDS da superfície da RCI tratada com Cojet (Grupo 6)	96
FIGURA 30- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo1	130
FIGURA 31- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 1 ...	130
FIGURA 32- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 1 ...	131
FIGURA 33- Espectro de XPS do Si 2p da amostra do grupo 1 ..	131
FIGURA 34- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 2 ...	132
FIGURA 35- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 2 ...	132
FIGURA 36- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 2 ...	133

FIGURA 37- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 2 ...	133
FIGURA 38- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 3 ...	134
FIGURA 39- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 3 ...	134
FIGURA 40- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 3 ...	135
FIGURA 41- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 3 ...	135
FIGURA 42- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 4 ...	136
FIGURA 43- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 4 ...	136
FIGURA 44- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 4 ...	137
FIGURA 45- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 4 ...	137
FIGURA 46- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 5 ...	138
FIGURA 47- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 5 ...	138
FIGURA 48- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 5 ...	139
FIGURA 49- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 5 ...	139
FIGURA 50- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 6 ...	140

FIGURA 51- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 6 ...	140
FIGURA 52- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 6 ...	141
FIGURA 53- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 6 ...	141

LISTA DE QUADROS

Quadro 1-	Quadro 1- Especificações dos materiais utilizados	59
Quadro 2-	Quadro 2- Descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção das amostras	61
Quadro 3-	Descrição dos grupos deste estudo conforme o tratamento de superfície	65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) obtidos nos nove palitos, de acordo com o bloco, sob duas diferentes condições de controle (G1: sem HF e sem Cojet; G6: sem HF e com Cojet)	80
Tabela 2- Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) obtidos nos nove palitos, de acordo com o bloco, sob diferentes tempos de condicionamento com HF	80
Tabela 3- Estatística descritiva dos dados de resistência adesiva (MPa)	81
Tabela 4- Anova para os dados de resistência obtidos, com o ensaio de microtração, no experimento em blocos ao acaso	85
Tabela 5- Intervalo de confiança para o valor médio de diferença (95%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais em relação ao Controle (G1), por meio do teste de Dunnett	85
Tabela 6- Intervalo de confiança para o valor médio de diferença (95%) estabelecido na comparação entre	

os grupos experimentais em relação ao Controle positivo (G6), por meio do teste de Dunnett	86
Tabela 7- Porcentagem de componentes na superfície da RCI por XPS.....	97
Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa)	123

Michida, SMA. Efeito do tratamento de superfície de resina composta de uso indireto na resistência à microtração a um cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007.

RESUMO

O objetivo desta pesquisa foi avaliar a resistência à microtração de uma resina composta indireta, tratada com ácido fluorídrico em diferentes tempos de condicionamento, após termociclagem, a um cimento resinoso. Um padrão em resina acrílica (6 x 6 x 6 mm) foi moldado com polivinilsiloxano obtendo-se um molde para a confecção de 30 blocos de resina composta indireta (RCI) (Vita VMLC). Os blocos foram divididos em 6 grupos (n=5): G1 (controle negativo): sem HF; G2: HF 60 s; Grupo 3: HF 90 s; G4: HF 120 s; G5: HF 180 s; G6 (controle positivo): silicatização (Cojet Sand). As superfícies de RCI receberam aplicação de silano (Monobond-S) e adesivo (Excite DSC) e foram cimentados, aos seus respectivos blocos de resina composta direta (RCD) confeccionados da mesma forma que os de RCI, com cimento resinoso dual. Os conjuntos RCI/cimento/RCD foram armazenados em água destilada (37°C/24 hs) e cortados em máquina de corte para obtenção dos palitos (n=9). As amostras foram submetidas à termociclagem (6000 ciclos, 5°C a 55°C, 30 s) e , ao teste de microtração na máquina de ensaio universal (EMIC). ANOVA ($\alpha=0.05$) mostrou que os valores de resistência adesiva (MPa) não foram afetados pelo tratamento de superfície ($p>0.001$). Foi verificado que em G5 ($41,86\pm7,01b$) houve diferença estatisticamente significativa em relação a G1 ($35,64\pm4,95a$); e, G2 ($40,20\pm5,63a$), G3 ($40,96\pm5,18a$), G4 ($40,61\pm3,17a$) tiveram diferenças estatisticamente significantes em relação ao G6 ($47,38\pm6,12b$) (teste de Dunnet). Concluiu-se que o tratamento de superfície da RCI com HF por 180 s produziu os maiores valores de resistência de união a um cimento resinoso após termociclagem.

PALAVRAS-CHAVE: Ácido fluorídrico; resinas compostas; resistência à tração; propriedades de superfície.

1 INTRODUÇÃO

Na Odontologia atual, os materiais de resina composta indireta (RCI) passaram a ocupar uma importante posição no momento em que atingiram uma aceitável longevidade e versatilidade quando comparados às restaurações cerâmicas.

A Odontologia Restauradora associa as propriedades físicas dos materiais restauradores ao substrato dentário por meio da adesão, promovendo estética e função ao dentes previamente danificados. Técnicas indiretas são utilizadas para superar alguns inconvenientes das restaurações em resina composta direta, como a contração de polimerização e o grau de conversão (DC)⁵. A manipulação do material fora da boca permite melhor contato proximal, anatomia e ajuste da superfície oclusal^{10,28,60 e 61}. Além do mais, a polimerização extraoral permite maior grau de conversão, influenciando nas propriedades mecânicas do compósito^{58 e 69}.

As indicações clínicas das restaurações indiretas estão baseadas na avaliação do remanescente dentário, condições intraorais e custo. Resinas compostas de uso indireto, e comercialmente disponíveis, têm sido introduzidas na reabilitação de dentes anteriores e posteriores, com melhora da estética e propriedades de manipulação. As restaurações do tipo *inlay/onlay* com resina composta estão indicados para restaurações amplas em dentes posteriores, quando o istmo oclusal for maior do que a metade da

distância intercuspídea ou quando o preparo envolver uma ou mais cúspides². Muitos destes materiais apresentam alta porcentagem de partículas inorgânicas por volume, a qual melhora as propriedades físicas e mecânicas^{60 e 61}.

O desempenho clínico das restaurações de resina composta indireta dependem do agente de união tanto na estrutura dentária como no material restaurador. Os cimentos resinosos são indicados para cimentação de resinas de laboratório, devido à compatibilidade química existente entre material restaurador e cimento, no entanto, é necessário adequado tratamento de superfície para garantir a melhor adesão⁵⁹. O tratamento interno das restaurações pode ser realizado por meio de jateamento, ácido fluorídrico ou agentes de ligação silano, e com a combinação desses tratamentos⁵¹. O jateamento produz uma superfície rugosa^{27,42 e 50}, enquanto o silano cria uma adesão química entre as partículas inorgânicas e matriz orgânica do agente adesivo^{30,40 e 69}. O ácido fluorídrico tem sido usado para condicionamento de restaurações totalmente cerâmicas³², contudo, seus efeitos nas diferentes partículas das resinas compostas não têm sido efetivos em promover altos valores de resistência adesiva de cimentos resinosos unidos à restaurações de resina composta indireta^{27,50 e 57}. A presença de alta porcentagem de partículas de vidro encontradas em algumas resinas indiretas pode fazer da mesma uma boa candidata para condicionamento com ácido fluorídrico (HF)⁶³.

Alguns pesquisadores discorreram a respeito da interação entre ácido fluorídrico na superfície da resina composta indireta. Özcan et al.³⁶, demonstraram, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), que o HF dissolve as partículas inorgânicas contidas na matriz resinosa, produzindo uma superfície porosa irregular e ainda demonstraram que a extensão da erosão das partículas depois do condicionamento ácido é

dependente do tipo de partículas. Foi relatado que bário, boroalumíniosilicato, silicato, vidro de estrôncio, e vidro de zinco exibem extensas degradações pelo condicionamento ácido enquanto quartzo, sílica, alumíniosilicato de lítio e suas misturas mostraram menor envolvimento^{24 e 25}. Já Swift et al.⁵⁷, relataram que o ácido pode ter efeito deletério na resina composta pelo amolecimento da superfície causando porosidade. Porém, essa afirmação é considerada uma hipótese. Teoricamente, o ácido fluorídrico poderia atacar as partículas e criar uma superfície mais retentiva⁵⁷.

Testes de cisalhamento e tração têm sido comumente empregados para avaliar a resistência adesiva dos cimentos resinosos aos materiais restauradores indiretos^{5,27,32 e 57}. A metodologia de microtração desenvolvida por Sano et al.⁴⁶, permite avaliação das amostras com pequena área de secção transversal, resultando em melhor e mais uniforme distribuição de estresse na interface adesiva e resultados mais precisos⁴².

O tratamento de superfície mais utilizado, e com excelentes resultados de resistência adesiva até agora, para as resinas compostas indiretas, é a silicatização, o jateamento com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação de silano e sistemas adesivos. Porém, tendo em vista a dificuldade de obtenção do recurso de silicatização (Cojet, 3M ESPE) no mercado, atualmente, e a dificuldade de muitos clínicos e laboratórios de prótese dentária em usufruir de sistemas de jateamento, pelo alto custo, nos leva a pesquisar alternativas para cimentação dessas peças protéticas.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Tratamento de superfície

Swift et al.⁵⁷, avaliaram a adesão de resinas compostas indiretas, tratadas com ácido hidrofluorídrico, ao esmalte, com ou sem termociclagem. A rugosidade provocada pela técnica do jateamento com óxido de alumínio também foi avaliada, sozinha ou em combinação com condicionamento por ácido hidrofluorídrico. Os efeitos da silanização na adesão na união dos grupos jateados e condicionado com ácido foram testados. Os autores concluíram que a resina composta híbrida com partículas de vidro podem ser jateadas com óxido de alumínio para uma forte resistência de união ao esmalte. A silanização pode aumentar a resistência nos casos de jateamento. O condicionamento, com ácido hidrofluorídrico, não foi recomendado, porque diminuiu significativamente a resistência adesiva. Sugerem, porém, que os resultados de qualquer estudo *in vitro*, podem não prever seguramente o desempenho clínico.

Turner e Meiers⁶⁴, determinaram a resistência adesiva, ao cisalhamento, de uma resina composta indireta microparticulada submetida aos processos de: envelhecimento, contaminação, calor e pressão, reparada com resina composta direta microparticulada, fotopolimerizada por luz visível, utilizando diferentes agentes adesivos, seqüências de reparos e tratamentos de superfícies. Concluíram que o jateamento com óxido de

alumínio foi a variável mais importante e que promoveu maior resistência adesiva (significante) em reparos. O sistema All-Bond (Primer A e B) foi o tratamento que obteve significativamente maiores valores de resistência adesiva em ambos os grupos lixados ou jateados. A retenção micromecânica, mais do que a união covalente, parece promover a união adesiva mais predominante em reparos de resina composta indireta, polimerizada por calor e pressão, com uma resina composta direta, polimerizada por luz visível.

Latta e Barkmeier²⁷, avaliaram a resistência ao cisalhamento de um cimento resinoso cimentado a uma restauração *inlay* em resina composta indireta usando diferentes tratamentos de superfície na restauração. Foram obtidos 60 blocos de resina composta indireta (*Triad inlay composite* – Dentsply) que foram lixados com lixas de granulação 600. As resinas foram divididas em 6 grupos: a) grupo controle: nenhum tratamento de superfície; b) ácido hidrofúorídrico a 20% por 60 segundos; c) bifluoreto de amônio por 60 segundos; d) adesivo (Prisma Universal Bond 3); e) jateamento com óxido de alumínio (50 µm); f) jateamento com óxido de alumínio (50 µm) seguida da aplicação do adesivo. O esmalte, polido com lixas de granulação 600, foi condicionado com ácido fosfórico a 37% por 60 segundos. Foram construídos blocos de cimento resinoso de polimerização dual (*Dicor light-activated cement with fluoride*, Dentsply) e os mesmos foram cimentados aos blocos e ao dente preparados. Os conjuntos foram armazenados em água destilada por 24 hs a 37°C previamente ao teste de cisalhamento com velocidade de 5 mm/min. Os resultados mostraram que os tratamentos com ácido hidrofúorídrico e o bifluoreto de amônio não foram efetivos em produzir altos valores de resistência adesiva. O jateamento com óxido de alumínio produziu uma superfície que, sob microscopia eletrônica de varredura, aparentemente pareceu ser retentiva e

produziu valores de resistência adesiva próximos aos valores observados nos espécimes cimentados ao esmalte. Os autores concluíram que o uso de adesivo concomitantemente ao jateamento com óxido de alumínio pode produzir uma união mais consistente do que somente o uso do jateamento.

Kupiec e Bakmeier²⁶, avaliaram vários tipos de tratamento de superfície em reparos de resina composta. 80 espécimes foram divididos em 4 grupos de 20: a) grupo 1 (controle): superfície com camada de inibição por oxigênio; b) grupo 2: lixas de granulação 600; c) grupo 3: lixas de granulação 600 seguida de brocas diamantadas; d) grupo 4: lixas de granulação 600 seguida de jateamento com óxido de alumínio (50 µm a 60 psi). Metade dos espécimes em cada grupo recebeu uma camada de adesivo antes do processo de reparo e foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Concluíram que o tratamento de superfície afeta significativamente a resistência adesiva da superfície de resinas compostas; não há diferença significativa na resistência adesiva de resinas compostas com superfícies com camada de inibição por oxigênio ou tratadas com brocas diamantadas ou jateadas com óxido de alumínio; a resistência adesiva de resinas compostas foi maior quando um agente adesivo foi aplicado à superfície adesiva; deixar a superfície rugosa com brocas diamantadas ou jateamento por óxido de alumínio produz resistência adesiva estatisticamente equivalente àquelas obtidas com amostras com superfície com camadas de inibição por oxigênio.

Brosch et al.⁷, investigaram: a) o efeito das combinações dos tratamentos de superfície e dos agentes adesivos na resistência ao cisalhamento em reparos de resinas compostas; e b) a identificação de quais destes fatores são mais efetivos. Foram confeccionadas 360 amostras de resina composta (Pertac-hybrid e Silux Plus). Vários tratamentos de superfície foram realizados antes dos agentes de união serem utilizados e

um novo material ser adicionado. As amostras foram armazenadas em água destilada por 14 dias a 37°C e divididas em 6 grupos: G1 – controle (nenhum tratamento de superfície); G2 – desgaste com ponta diamantada com refrigeração em alta rotação; G3 – jateamento com óxido de alumínio (50 µm por 10 segundos); G4 – jateamento com bicarbonato de sódio por 15 segundos à pressão atmosférica de 2,2 e 10 mm de distância; G5 – desgaste com pedras verdes de carborundum e refrigeração em água em baixa rotação; G6 – ácido hidrófluorídrico a 9,5% por 60 segundos e enxágüe por 2 minutos e secos com jatos de ar. As superfícies tratadas foram lavadas com água por 20 segundos e secas com jatos de ar, por 10 segundos. Cada grupo foi subdividido em três grupos de 20 espécimes cada e sujeitos a diferentes agentes adesivos: a) controle (sem adesivo); b) adesivo à base de Bis-GMA (Enamel Bond) em fina camada polimerizada por 20 segundos; c) silano (Scotch Prime) aplicado por 120 segundos até a secagem. Qualquer solvente residual foi evaporado por meio de jatos de ar comprimido. As resinas “frescas” foram construídas sobre as resinas já confeccionadas e polimerizadas por 60 segundos. Os blocos foram armazenados em água destilada por 14 dias a 37°C e termociclados por 300 ciclos com temperatura variando entre 5°C e 55 °C, com tempo de imersão de 30 segundos. O teste de cisalhamento foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min. até a fratura. Os resultados mostraram que todos os procedimentos de tratamento de superfície sem a aplicação dos agentes adesivos, não foram estatisticamente significantes. Apesar disso, o desgaste com pedra diamantada (grupo2) ou pedra de carborundum verde (grupo 5) obtiveram os maiores valores de resistência ao cisalhamento. Quando o adesivo ou, o silano e o adesivo são aplicados, a resistência ao cisalhamento melhorou em todos os grupos. Esta melhora foi estatisticamente significativa quando os seguintes subgrupos foram

comparados: controle (grupo 1), jateamento (grupo 3), jato de bicarbonato de sódio (grupo 4), e pedra verde de carborundum aos correspondentes subgrupos com silanos e adesivo, e jateamento ao correspondente subgrupo com adesivo. Todos os tratamentos de superfície tanto com adesivo ou silano e adesivo não foram estatisticamente significantes. O grupo 6 (ácido hidrofluorídrico), tanto com adesivo ou silano e adesivo, obtiveram os menores resultados de resistência ao cisalhamento, não considerando a textura superficial criada pelos diferentes tratamentos de superfície. Significativamente, menores resultados de resistência ao cisalhamento foram encontrados na maioria dos subgrupos onde os adesivos, ou silanos são usados. Os autores concluíram que a aplicação de adesivo ou silano seguido de adesivo, em resinas compostas a serem reparadas, fornecem os valores de união mais fortes a uma nova resina composta polimerizada e envelhecida, particularmente quando a resina é desgastada com pedra verde de carborundum ou jateadas com óxido de alumínio.

Hummel et al.¹⁹, investigaram, por meio de cisalhamento, procedimentos para tratamentos de superfície para aprimorar a resistência adesiva, entre uma restauração *inlay* em resina composta e um cimento dual. Os tratamentos de superfície realizados foram: a) ácido fluorídrico a 54% por 5 segundos; b) ácido fosfórico a 37% por 15 segundos; c e d) jateamento com óxido de alumínio por 10 segundos, seguido de condicionamento ácido (tanto o fluorídrico como o fosfórico) e seguido de novo jateamento; e e f) jateamento seguido de condicionamento ácido (fluorídrico e fosfórico). As resinas utilizadas na pesquisa foram uma híbrida e outra microparticulada (usada como comparação). Algumas amostras adicionais foram feitas e tiveram suas superfícies analisadas por estereomicroscópio e microscopia eletrônica de varredura. A análise

estatística mostrou que nenhum tratamento de superfície produziu uma resistência adesiva significativa. As médias variaram entre 4,6 MPa a 10,4 MPa. A maioria das falhas foi coesiva, e os grupos tratados com ácido foram os que mais apresentaram falhas adesivas, ou seja, entre o cimento e a resina composta. O MEV mostrou que para o grupo tratado com ácido não houve um efeito distinto na superfície da resina composta. O jateamento, seguido de condicionamento com ácido fosfórico, obteve padrões de condicionamento regulares. O condicionamento com ácido fluorídrico apresentou um aspecto que pareceu ter destruído a superfície da resina composta. Concluíram que os resultados obtidos pelo estudo sugerem que a técnica que melhor leva a um aumento da resistência adesiva em reparos de resinas é tornar a superfície da restauração rugosa. O ácido fluorídrico foi prejudicial e causou defeitos na superfície que foram similares àqueles reportados em estudos de reparos. As resistências adesivas medidas nos espécimes condicionados com ácido fluorídrico não foram diferentes dos valores obtidos com outros tratamentos de superfície, porque o condicionamento das partículas de vidro não aumenta a resistência adesiva ou o efeito do condicionamento foi mascarado pela degradação da resina composta.

Li²⁹ investigou o modo como as propriedades da superfície de resinas compostas recém-polimerizadas afetam a resistência adesiva (ao cisalhamento) ao próximo incremento de resina composta a ser polimerizada. As resinas compostas foram divididas em quatro grupos: a) limpeza da superfície com acetona; b) polimento; c) tratamento com silano; d) grupo controle. Concluíram que as camadas de inibição de oxigênio parecem funcionar como uma camada de adesão que une, quimicamente, os incrementos da resina composta. O polimento mecânico ou limpeza com acetona reduziu a resistência de união entre os incrementos. O tratamento

com silano das superfícies polidas pode ter restaurado a resistência adesiva de alguma maneira.

Hauptmann e Mandarino¹⁶ analisaram por teste de cisalhamento a influência do tratamento de superfície (silanização) de sistemas restauradores indiretos de resina composta e porcelana. Os tratamentos de superfície, tanto para a resina composta quanto para porcelana, foram os seguintes:

- a) jateamento com óxido de alumínio + ácido hidrofluorídrico + silano;
- b) jateamento com óxido de alumínio + silano
- c) jateamento com óxido de alumínio

Os grupos G1, G2 e G3 receberam, respectivamente, os tratamentos a, b e c, em resina composta e, os grupos G4, G5 e G6 os mesmos tratamentos em porcelana. Os resultados obtidos e a análise estatística demonstraram não haver diferença significativa entre os grupos. Os valores de média, em MPa, foram os seguintes: G1: 17,58; G2: 17,34; G3: 15,25; G4: 14,54; G5: 12,51; G6: 10,79. Observaram que os grupos silanizados, tanto resina como porcelana, não tiveram diferenças estatisticamente significantes. Analisando os componentes da resina composta e da porcelana, encontra-se a sílica que é comum em ambos os materiais e que pelo tratamento de superfície por jateamento, seria exposta. Relatam assim, que a igualdade de resultados, entre os grupos silanizados de resina composta (Charisma – Kulser) que conta com 84% de matriz inorgânica mineral e da porcelana (L. F. C. – Degusssa) que contém sílica como material vítreo também mineral e receberam jateamento com óxido de alumínio 50 µm expondo essas partículas onde o silano reage e como apresentam estruturas semelhantes, o que provocaria a adesão de maneira semelhante destes materiais. Concluíram que a resina composta indireta

apresentou a mesma resistência adesiva de união que a porcelana, na estrutura dentinária, quando submetida ao teste de cisalhamento; para ambos os materiais, resina composta e porcelana, o jateamento com óxido de alumínio apresentou a mesma resistência de união à dentina, quando comparados aos outros tratamentos de superfície associado à solução de ácido hidrofúorídrico ou silano ao jato de óxido de alumínio; o jateamento superficial com óxido de alumínio para os dois materiais (resina composta e porcelana) é indispensável para se obter a união com a superfície dentária e, que, por ser assunto de grande interesse, novos estudos devem ser realizados, para melhor entendimento sobre o tema em questão.

Shahdad e Kennedy⁴⁸ investigaram o potencial de reparo em duas resinas compostas em termos de resistência adesiva, e a efetividade de dois sistemas adesivos em reparos. A resistência a reparo da Helioprog (HP) e da Herculite XRV (XRV) foi testada usando dois agentes adesivos: DentASTIC (DT) e All Bond 2 (AB2). O efeito da abrasão da superfície e efeito do tempo também foram investigados. Os autores relataram que a abrasão com broca diamantada aumentou a resistência adesiva e o uso de agentes de união melhorou a resistência de união, mas não significativamente. Somente o uso de agentes adesivos melhorou a resistência a reparo de modo significativo. Reparos do HP com HP após abrasão e aplicação de DT produziu os maiores valores de resistência adesiva que foi de 99% da resistência coesiva do grupo controle (sem reparo). Embora haja alguma diferença na resistência adesiva em relação ao tempo estudado (1 mês), não foi considerada estatisticamente significativa. Concluíram que a superfície abrasionada seguida da aplicação de agente adesivo produziu os maiores valores de resistência adesiva.

Bouschlicher et al.⁵ avaliaram a resistência de união de um cimento resinoso dual a quatro resinas compostas indiretas seguidos de

tratamento de superfície com óxido de alumínio (AO) ou Cojet-Sand (CJ) e aplicação de agentes “molhadores” de superfície. As resinas foram confeccionadas e polidas com lixas de granulação 320 e divididas em 12 grupos. Os espécimes polidos foram armazenados em temperatura ambiente por 24 horas antes do tratamento de superfície e cimentação. Imediatamente antes do tratamento de superfície, todos os espécimes foram limpos em ultra-som em água duplamente destilada por 3 minutos. Os tratamentos de superfície foram os seguintes: Grupos 1, 2, 5, 7, 8, e 11 foram jateados com óxido de alumínio por 4 segundos com pressão de 34 psi e uma distância de 5 mm. Os grupo 3, 4, 6, 9, 10 e 12 foram jateados com Cojet-Sand com 30 μm por 4 segundos com pressão de 34 psi a 5 mm de distância. O Artglass Liquid foi esfregado na superfície adesiva dos grupos 1 e 3 por 30 segundos. Este líquido foi omitido nos grupos 2 e 4. As superfícies adesivas dos grupos 7 e 9 foram tratadas com uma fina camada de Special Bond II por 30 segundos imediatamente antes da cimentação. O Special Bond II foi omitido nos grupos 8 e 10. Imediatamente após o tratamento de superfície uma fina camada de adesivo (Dentin/Enamel Bonding resin) foi aplicada na superfície adesiva do respectivo par do bloco de resina composta tratado. O adesivo não foi polimerizado antes da cimentação, de acordo com as instruções do fabricante. Os pares de blocos foram cimentados uns aos outros com cimento resinoso dual (Dual Cement) com força de 1,0 MPa. Os espécimes foram armazenados em água duplamente destilada por 24 horas a 37°C, termociclados (300 ciclos, 5°C e 55°C, com tempo de imersão de 10 segundos) antes de serem levados ao teste de cisalhamento com velocidade de 5 mm/min. Para ambos os grupos de Belleglass HP (grupos 5 e 6) e Targis (grupos 11 e 12), o tipo de jateamento tanto por óxido de alumínio como por partículas de sílica (AO vs. CJ) não resultou em diferença estatisticamente significante em valores de

resistência adesiva. Artglass jateado com Cojet e tratado com Artglass Liquid (grupo 3) obteve uma resistência significativamente maior do que outros tratamentos de superfície para este material. Artglass jateado com Cojet, porém sem a aplicação do Artglass Liquid (grupo 4) obteve resistência adesiva equivalente ao Artglass jateado com óxido de alumínio com ou sem o uso do Artglass Liquid (grupo 2 e 1). Restaurações de Concept tratadas com Cojet sem o Special Bond II (grupo 10) obtiveram resistência equivalente às restaurações tratadas com Cojet com aplicação do Special Bond II (grupo 9). Apesar de que ambos os grupos de Concept jateados com Cojet tiveram resistência adesiva maiores com Cojet do que os grupos tratados com óxido de alumínio, apenas o grupo 10 foi significativamente diferente. O uso ou não do Special Bond II nas restaurações Concept tratadas com óxido de alumínio resultou em resistência adesiva significativamente equivalente (grupos 7 e 8). Todas as falhas foram consideradas mistas com uma notável alta proporção de falhas na área adesiva da resina Concept (grupos 7-10). Apesar dos valores de resistência ao cisalhamento obtidos no estudo, um período relativamente curto de termociclagem e armazenamento em água não permitiram avaliação em longo prazo da união. E ainda sugerem que mais pesquisas são necessárias para se estudar a estabilidade em longo prazo da interface restauração/cimento resinoso quando são submetidos à termociclagem e estresse mecânico, assim como os efeitos da hidrólise associados com o armazenamento em água por longos períodos

Cesar et al.⁹ avaliaram a resistência à tração e modo de falha em reparos de resina composta em Artglass usando diferentes tratamentos de superfície mecânicos e químicos. Foram construídos 180 blocos de Artglass na cor A3. As superfícies foram limpas com pedra-pomes e taça de borracha. Os tratamentos químicos e mecânicos usados no experimento foram: tratamentos mecânicos, lixas – de granulação 220-600, enxaguados

por 30 segundos e secos por 10 segundos; broca diamantada – por 4 segundos, enxaguados por 30 segundos e secos por 10 segundos. Tratamentos químicos: a) apenas Prime e Bond 2.1 (PB) – o agente adesivo foi aplicado, seco por 5 segundos e fotopolimerizado por 15 segundos; b) ácido fosfórico + PB – 32% por 1 minuto, enxaguados por 30 segundos e secos por 10 segundos, então o PB foi aplicado como descrito no tratamento químico 1; c) ácido hidrofúorídrico/1 minuto + PB – a superfície foi condicionada com ácido hidrofúorídrico a 10% por 1 minuto, enxaguados por 30 segundos e secos por 10 segundos, então o PB foi aplicado como descrito no tratamento químico 1; d) ácido hidrofúorídrico/3 minutos + PB – o mesmo descrito acima, mas com tempo de aplicação do ácido por 3 minutos; e) apenas Artglass Liquid – uma camada do Artglass Liquid foi esfregada na superfície permitindo a penetração por 30 segundos. Neste caso, PB não foi usado; f) silano + PB – uma camada de agente silano foi aplicada na superfície de Artglass e secas por 5 segundos. Decorridos 20 segundos, PB foi aplicado como descrito no tratamento químico 1. Depois do tratamento de superfície, a resina composta (Charisma, cor A3) foi polimerizada por 40 segundos e os blocos foram armazenados em água destilada por 37°C por 24 h. O teste de tração foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min. O modo de falha foi observado em estereomicroscópio com um aumento de 10X. A falha foi considerada “adesiva” quando nenhum fragmento de resina composta foi observado na superfície do Artglass. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística na tração entre os três tratamentos mecânicos usados, exceto para os grupos onde o Artglass Liquid e o silano foram usados. Para o Artglass Liquid, a rugosidade, causada por brocas diamantadas ou microjateamento, resultou em valores maiores comparadas ao tratamento com lixas. Considerando os espécimes tratados por silano, o jateamento resultou em um alto valor de resistência do

que a broca diamantada ou lixas. O uso do ácido fosfórico ou Artglass Liquid não melhorou a resistência à tração nos espécimes comparados aos grupos onde apenas o PB foi aplicado, em relação ao tratamento mecânico. O uso do ácido hidrofúorídrico (tanto por 1 ou 3 minutos) causou uma significativa diminuição na resistência à tração comparados aos grupos onde apenas o PB foi aplicado. A única exceção ocorreu entre os grupos jateados/PB- apenas e jateados/ ácido hidrofúorídrico/ 1 minuto, onde apenas uma pequena redução foi observada. Quando o silano foi usado em combinação com brocas diamantadas ou lixas, a média de valores obtidos foi similar àqueles grupos correspondentes onde apenas o PB foi usado. A associação de jateamento e silano resultou em valores de resistência (29,2 MPa) que foi estatisticamente maior do que todas as outras médias do experimento. Os modos de falhas foram 100% adesivas.

Lucena-Martín et al.³¹, avaliaram a eficácia de diferentes procedimentos mecânicos e químicos usados para melhorar a força de união de resinas compostas microhíbridas e microparticuladas, em reparos. Concluíram, dentro das limitações do estudo, que: dentre os tratamentos de superfície testados, o jateamento com óxido de alumínio produz os maiores valores de resistência adesiva; a composição da resina composta não modifica o efeito do jateamento com óxido de alumínio na resistência adesiva; o uso do adesivo Prime e Bond 2.0 resultou em maiores valores de resistência adesiva do que aqueles produzidos por Heliobond; houve um efeito sinérgico entre tratamento mecânico de superfície e adesivos dentinários. A combinação que produz valores de resistência perto da resistência coesiva das resinas compostas, tanto para a microparticulada quanto para a microhíbrida, foi o jateamento seguido da aplicação de um agente adesivo.

Hisamatsu et al.¹⁷, avaliaram a resistência adesiva entre camadas de diferentes porções de resina composta indireta fotopolimerizadas com variados tratamentos de superfície. Foram realizados 160 espécimes de resina composta indireta (Dentacolor) sendo que 144 foram polimerizados com auxílio de uma placa de vidro e os outros 16 (grupos 1 e 2) foram polimerizados sem o auxílio das placas de vidro para produzir uma camada de inibição por oxigênio. Depois de fotopolimerizados, os espécimes foram lixados com lixas de granulação 400 seguidos de polimento com pedras siliconadas. Os 16 espécimes, não foram lixados e foram usados como grupos experimentais. Os 144 espécimes que foram lixados e polidos foram divididos em 18 grupos (3-20), na qual não tiveram a aplicação de primer em sua superfície (grupos 3 e 4), tratados com silano (grupos 5-8), tratados com agente adesivo (grupos 9-12), ou tratados com ambos silano e agente adesivo (grupos 13-20). Cada um dos grupos consistiram de 8 espécimes. Trinta minutos após a confecção dos mesmos, metade das amostras (grupos ímpares) foi armazenada a seco a 37°C por 24 horas, e as amostras remanescentes (grupos pares) foram imersas água a 37°C por 24 horas. O teste de cisalhamento foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados obtidos mostram que o teste de três-fatores ANOVA para cisalhamento revelou que a interação entre silano, agente de união e condições de armazenamento, molhado e seco, não foi significativa. Os resultados analisados por ANOVA dois-fatores indicaram que a interação entre silano e agente de união foi significativa para ambos os grupos a seco ou molhados. A média de resistência ao cisalhamento variou de 30,8 MPa para o grupo 14 a 17,7 MPa para o grupo 3 (sem silano e agente adesivo, estocado em condições a seco). Dos nove grupos armazenados a seco com exceção do grupo 1, três grupos (13, 15 e 19) tiveram a resistência adesiva estatisticamente maiores. Todos esses grupos foram tratados com silano e

agente adesivo, e estes três grupos tiveram a resistência maior do que o grupo 3 (nas quais os espécimes não foram silanizados). Dos grupos armazenados em água, 5 grupos incluindo as quatro combinações dos grupos tratados mostraram grandes valores de resistência adesiva (27,8 – 30,8 MPa), enquanto o grupo onde não há silanização (grupo 4) resultou em menores valores de resistência adesiva (17,9 MPa). Além do mais, o grupo armazenado em água apresentou maior resistência adesiva do que o armazenado a seco para os seguintes grupos: grupo 8 > 7; grupo 10 > 9 e grupo 18 > 17. Entre os grupos armazenados a seco, o grupo 3 (sem silano) e grupo 11 (sem silano, com adesivo) exibiu menores valores de resistência estatisticamente significativa em relação ao grupo controle (grupo 1), enquanto os dois grupos condicionados com Porcelain Liner M e um dos dois agentes adesivos (grupos 13 e 15) resultaram em maiores valores do que o grupo controle. Os modos de falhas após o teste de cisalhamento indicaram que os grupos tendem a exibir falha coesiva na resina composta, preferencialmente, em relação à interface adesiva, e que os grupos com baixos valores de resistência tendem a obter falha adesiva, embora a propagação da fratura ter sido detectada na maioria dos espécimes testados. Os autores concluíram que o uso combinado do silano (Porcelain Liner M) e agentes adesivos sem carga é recomendado para se alcançar uma união consistente entre as camadas de resina de dentina e esmalte da resina composta indireta microparticulada (Dentacolor).

Hooshmand et al.¹⁸, estudaram métodos para melhorar a resistência de união entre cerâmica-silano-resina de cerâmicas à base de sílica utilizado quatro tipos de tratamento superficial: (a) polimento; (b) jateamento com óxido de alumínio (50 m); (c) condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 2 minutos e (d) jateamento seguido de condicionamento ácido. A durabilidade da união entre os materiais foi testada por meio de: (a)

armazenamento em água a 37°C em diferentes períodos de tempo até 3 meses; (b) termociclagem e (c) armazenamento em água a 100°C por 24 h. Os resultados mostraram que o polimento permitiu melhores resultados de resistência à tração entre a resina e a superfície da cerâmica e não foi estatisticamente significativo em relação aos grupos jateados, condicionados com ácido e jateados e condicionados. Não houve deteriorização na resistência de união para qualquer grupo após armazenamento por até 3 meses ou após termociclagem. O silano foi capaz de resistir à degradação hidrolítica mesmo em água fervente. Os resultados indicaram que a durabilidade entre resina-cerâmica pode ser obtida por uma aplicação adequada de silano sem a necessidade do uso de ácido fluorídrico na superfície cerâmica.

Özcan e Akkaya³⁵, relataram um caso clínico de cimentação de uma prótese parcial fixa de três elementos anterior, totalmente cerâmica, utilizando a técnica da silicatização (Cojet 3M ESPE) da parte interior da peça, seguida de silanização e aplicação de cimento resinoso (Variolink II). Concluíram que os clínicos deveriam considerar o uso desta técnica para a união de restaurações adesivas ao elemento dental.

Stewart et al.⁵⁵, avaliaram a resistência adesiva imediata e após 6 meses entre uma cerâmica feldspática e 4 diferentes cimentos resinosos com o uso de 6 diferentes tratamentos de superfície. 480 discos de cerâmica (Ceramco II) foram divididos em 6 grupos principais (n=80). As cerâmicas receberam 6 tratamentos superficiais antes da aplicação do cimento resinoso. Os tratamentos foram: polimento com lixas (granulação 600), jateamento com óxido de alumínio, lixas seguida da aplicação de silano, jateamento seguido de silano, condicionamento com ácido hidrofluorídrico e ácido seguido de silano. Cada grupo foi subdividido em 4 subgrupos (n=20) para aplicação de 1 dos 4 cimentos resinosos: Nexus,

Panavia 21, RelyX ARC e Calibra. Todos os espécimes foram testados pelo método do cisalhamento. A resistência adesiva foi medida 24 horas e 6 meses após armazenagem em solução salina. Os autores concluíram que, dentro das limitações do estudo, em relação aos 4 tipos de cimento testados, as resistências adesivas foram altamente dependentes do tratamento de superfície. O ácido hidrofluorídrico seguido de silano foi o tratamento mais efetivo e confiável para cimentação com Ceramco II. Baseando-se nestes resultados, é sugerido que o protocolo de tratamento de superfície de cerâmica que envolve o ácido hidrofluorídrico seguido da aplicação de silano pode ser considerado de escolha para todos os cimentos resinosos testados.

Blatz et al.⁴, em um estudo de revisão de literatura, compararam diversos estudos *in vitro* a respeito de união entre resina e cerâmica. Uma das formas desta união se dá por meio do tratamento de superfície, que podem ser: asperização com lixas, asperização com brocas diamantadas, jateamento com óxido de alumínio, condicionamento ácido, e a combinação desses métodos. Segundo o levantamento realizado por esses autores, o condicionamento com ácido hidrofluorídrico ou bifluoreto de amônio pode atingir textura e rugosidade superficial adequadas. As concentrações de ácido hidrofluorídrico a 2,5% e 10% aplicadas por 2 a 3 minutos parecem ser os procedimentos mais bem-sucedidos. A aplicação de silano após o tratamento da superfície cerâmica promove uma ligação covalente e por ponte de hidrogênio e é o maior fator para união entre as cerâmicas à base de sílica e compósitos. O condicionamento com ácido hidrofluorídrico seguido da silanização, significativamente, diminuiu a microinfiltração marginal, fato não obtido com a aplicação única e exclusiva do silano. Concluíram que o método de tratamento de superfície de escolha

para cerâmicas à base de sílica (feldspáticas) é o condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 2,5% a 10% por 2 a 3 minutos e subsequente aplicação de silano. Os tratamentos de escolha para cerâmicas infiltradas de vidro são: jateamento com óxido de alumínio e uso de cimento resinoso modificado por fosfato (Panavia 21) ou tratamento triboquímico (Rocatec System) em combinação com cimentos resinosos convencionais à base de Bis-GMA.

Özcan³⁴, em um estudo de revisão de literatura a respeito da avaliação de técnicas de reparos intra-orais em restaurações metalocerâmicas fraturadas, constatou que a durabilidade dos valores de resistência adesiva sob estresse do meio oral é importante para a previsibilidade dos materiais dentários. Chegou à conclusão de que os silanos não são bons agentes para se unir a metais como eles são para cerâmicas. O ácido hidrofúorídrico e fluorfosfato acidulado facilitam a retenção micromecânica, mas estes agentes químicos não são aplicáveis em fraturas onde há exposição do metal e eles também são perigosos aos tecidos moles. A asperização mecânica do metal ou cerâmica com brocas diamantadas finas ou mais grosseiras podem provocar um início de propagação de fraturas através da cerâmica. Dos trabalhos na literatura pode-se interpretar que o jateamento com partículas de sílica (Cojet System) não expõe o paciente ao risco de queimadura severa por ácido com a vantagem de reparar ambos cerâmica e metal expostos pela fratura. Quando avaliando na literatura as técnicas de reparos em cerâmica, as variáveis de resina composta, condições de armazenamento e aplicação de silano deveriam ser levadas em consideração.

Özcan e Vallittu³⁸, avaliaram o efeito dos métodos de tratamento de superfície na resistência adesiva de um cimento resinoso à superfície cerâmica e tentaram identificar o melhor método usado para

tratamento das cerâmicas antes da cimentação. Três métodos de tratamento de superfície (condicionamento com ácido hidrofluorídrico; jateamento com óxido de alumínio; método triboquímico – Rocatec) em seis cerâmicas (Finesse; In-Ceram; Celay; IPS Empress 2; Procera All Ceram e Alumina experimental) foram testados para se avaliar a resistência adesiva de um cimento resinoso à base de BIS-GMA (Variolink II) em espécimes que foram silanizados e termociclados a 6000 ciclos (5°C e 55°C, 30s). Perceberam, através do estudo, que não foi possível descobrir um método ideal de tratamento de superfície que poderia ser aplicado a todo tipo de cerâmica, porque muitos fatores afetam a resistência adesiva dos cimentos resinosos à cerâmica. É necessário que os dentistas entendam as características da cerâmica e dos métodos de tratamento de superfície de acordo com os cimentos a serem escolhidos. Concluíram que: a resistência adesiva do cimento resinoso testado após o tratamento de superfície varia de acordo com o tipo de cerâmica; o uso do ácido hidrofluorídrico parece ser o método de escolha para união de cimento resinoso à base de Bis-GMA às cerâmicas que contenham matriz vítrea em sua estrutura; a asperização das superfícies cerâmicas com jateamento com óxido de alumínio antes da cimentação promove altos valores de resistência adesiva para cerâmicas com alto teor de alumina e os valores aumentaram significativamente após silicatização/silanização; a termociclagem diminui a resistência adesiva significativamente após todos os tratamentos de superfície testados.

Öztas et al.³⁹, determinaram a resistência ao cisalhamento de resinas compostas para reparos feitos com diferentes métodos de tratamento de superfície, onde duas novas gerações de materiais adesivos foram usadas. As superfícies fraturadas de algumas amostras foram analisadas em MEV. Concluíram que a técnica de jateamento com óxido de alumínio resultou em maior resistência adesiva significativa do que

polimento com lixas de granulação 500; o tratamento de superfície pelo método de jateamento seguido da aplicação de Optibond Solo obteve os maiores valores de resistência adesiva.

Soares et al.⁵¹, avaliaram o efeito do tratamento mecânico e químico da superfície de resinas compostas na resistência adesiva a microtração a um cimento resinoso. As resinas utilizadas (Targis e Solidex) foram polidas com lixas de granulação 600 por 15 segundos e divididas em 4 grupos: (CO) lixas de granulação 600, (SI) silanização por 30 segundos, (SA) jateamento com óxido de alumínio com 50 µm por 10 segundos, (HA) ácido fluorídrico a 10% por 30 segundos e enxágüe com água, (HA+SI) e (SA+SI). Sobre as superfícies das resinas, foi aplicada uma fina camada de adesivo (Single Bond) e cimento resinoso (RelyX) sob uma carga de 500g por 5 minutos para padronizar a espessura de cimento. Foram obtidos palitos com 0.8mm² de área transversal. Os resultados obtidos variaram de 26,66 MPa para 56,11 MPa para o grupo CO; de 20,84 a 49,43 MPa para o grupo SI; 23,06 a 53,05 MPa para AS, 32,04 a 39,38 MPa para HA; 29,27 a 32,90 MPa para HA+SI; 86,61 a 105,17 MPa para SA+SI. Concluíram que a adesão de resinas compostas indiretas aos cimentos resinosos dependem da retenção micro-mecânica promovida pelo jateamento com óxido de alumínio e da adesão química formada pelo silano por meio das partículas inorgânicas expostas.

Trajtenberg e Powers⁶³, avaliaram a resistência adesiva em reparos de resina composta indireta (Targis) tratadas com ácido hidrofluorídrico em gel em diferentes concentrações e tempos de condicionamento e reparadas com resina composta *flowable*. As resinas foram construídas por meio da técnica incremental de forma que a última camada permanecesse em contato com uma placa de vidro durante a polimerização para se evitar a camada de inibição pelo oxigênio. Os

espécimes foram polidos em lixas de granulação até 600 e estocados em água por 24 horas a 37°C. As resinas foram divididas em três grupos: a) ácido hidrofúorídrico a 5%, b) ácido hidrofúorídrico a 8% e c) ácido hidrofúorídrico em gel a 9,5%. Cada grupo foi testado em 5 diferentes tempos de condicionamento: 5, 10, 15, 30 e 60 segundos. Após o condicionamento ácido, os espécimes foram lavados por 30 segundos usando *spray* água/ar para assegurar que todo ácido foi removido da superfície e secos por jatos de ar por 30 segundos. A resina *flowable* foi inserida sobre o compósito e as amostras de resina laboratorial/resina de reparo foram estocados em água deionizada por 24 horas a 37°C antes do teste de tração com velocidade de 0.5 mm/min. Os autores verificaram que os efeitos do tempo de condicionamento e concentração do ácido não foram estatisticamente significantes ao nível de 5%. Contudo não houve diferença de resistência adesiva quando três concentrações de ácido ou 5 tempos de condicionamento são usados. Todas as falhas encontradas foram adesivas. A microscopia eletrônica de varredura da superfície das resinas compostas condicionadas revelou diferenças qualitativas a 5 e 15 segundos de condicionamento com concentração do ácido a 9,5 %. E relataram, ainda, que o tempo mínimo necessário para se observar esse padrão de condicionamento é de 60 segundos com concentração de 9,5%. A superfície examinada revelou um aspecto poroso como resultado da remoção das partículas de vidro. Nenhum padrão de condicionamento foi observado com concentração de ácido a 5 % e 8%. Mesmo assim, os autores consideram o ácido hidrofúorídrico como uma boa alternativa quando resinas compostas com grande porcentagem de partículas de vidro na composição são usadas. Os autores concluíram que o tempo de condicionamento de 5 segundos com concentrações a 5%, 8% ou 9,5% de

ácido hidrófluorídrico promove uma adequada resistência adesiva *in vitro* para reparos de resinas compostas laboratoriais.

Tapety et al.⁵⁹, em um estudo de revisão de literatura, analisaram quais tratamentos de superfície, tipos de cimento, associação adesivo/agente cimentante, são mais adequados para cada tipo de material restaurador (cerâmica ou resina composta). E concluíram: a) os cimentos resinosos são os mais apropriados para uso em associação às restaurações indiretas em porcelana pura e resina composta; b) para os cimentos resinosos, a forma de polimerização dupla parece ser a mais recomendada, garantindo melhores propriedades mecânicas. No entanto, a fotoativação é imprescindível, pois a fase química não garante polimerização completa e dureza satisfatória; c) para as resinas compostas indiretas, o jateamento com óxido de alumínio da superfície interna parece ser essencial previamente a qualquer tratamento adicional; d) a aplicação de silano pode ser realizada para cimentação de resina indireta, pois não parece influenciar negativamente na adesão.

Campos et al.⁸ avaliaram o efeito do tempo de condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 10%, sobre a resistência adesiva entre uma cerâmica de fluorapatita e um cimento resinoso e também analisaram se os resultados obtidos podem ser alterados quando os valores nulos de resistência adesiva são desconsiderados. Concluíram que o condicionamento, com ácido hidrófluorídrico a 10% por 30 segundos, produziu valores de resistência adesiva sem diferença estatística em relação aos valores obtidos com o condicionamento ácido por 2 minutos. Independentemente da exclusão dos valores nulos de resistência adesiva, os resultados permaneceram inalterados.

Özcan et al.³⁶ avaliaram o efeito de três métodos de tratamentos de superfície na resistência adesiva em reparos de resinas

compostas em 5 substratos de resina composta (Gradia, Sculpture, Sinfony, Targis e Tetric Ceram) que tiveram as superfícies polidas com lixas abrasivas (1200 de granulação) e limpas em ultra-som (água destilada/10 minutos). Os espécimes foram secos e divididos aleatoriamente entre os grupos: a) condicionamento com ácido hidrófluorídrico (9,5% gel) por 90 segundos; b) jateamento com óxido de alumínio ($50\ \mu\text{mAl}_2\text{O}_3$) a uma distância de 10 mm com pressão de 2,5 bars por 4 segundos; c) jateamento com óxido de sílica ($30\ \mu\text{m SiO}_2$, Cojet®-Sand) com as mesmas condições que o método dois. Após os tratamentos, o agente silano –MPS (ESPE –Sil, 3M ESPE AG) e o adesivo (Scotchbond Multipurpose Adhesive, 3M Dental Products) foram aplicados. Todos os grupos foram divididos aleatoriamente em 2 grupos (n=6) para condições a seco ou termociclados (6.000 ciclos entre 5 e 55°C em água deionizada grau 3). O tempo de imersão em cada temperatura foi de 30 segundos. O teste de cisalhamento foi realizado (velocidade de 1 mm/min) e concluíram: a) que a resistência adesiva entre resina composta-resina composta varia de acordo com o tipo de resina e método de tratamento de superfície; b) o ácido hidrófluorídrico dissolve as partículas inorgânicas, mas resultou em menores valores de resistência adesiva que o jateamento com partículas de óxido de alumínio e o jateamento com óxido de sílica; c) O jateamento com partículas de sílica seguido de silanização aumentou a resistência adesiva em relação ao tipo de resina composta empregada, d) quando comparada em condições a seco, a resistência adesiva diminuiu depois da termociclagem em todos os grupos tratados com ácido hidrófluorídrico, mas nenhuma mudança significativa foi observada após abrasão a ar com partículas de óxido de alumínio ou jateamento com óxido de sílica seguido de silanização.

Valandro et al.⁶⁶ avaliaram o efeito do jateamento com óxido de sílica (silicatização) de uma cerâmica em alumina altamente sinterizada

(Procera AllCeram) no aumento da resistência adesiva a um agente de cimentação resinoso contendo monômeros fosfatados (Panavia F) e concluíram que os sistemas de silicatização triboquímico (Rocatec e Cojet) significativamente aumentaram os valores de média de resistência adesiva entre um cerâmica aluminizada altamente sinterizada e um agente resinoso contendo monômeros fosfatados.

Chieffi et al.¹¹ avaliaram o efeito da pressão de assentamento prolongada na integridade dos adesivos nos blocos de resina, simulando restaurações indiretas cimentadas com cimento resinoso dual. Concluíram que o tempo de 3 minutos promoveu maiores valores de união do adesivo ao cimento resinoso do que o tempo de 5 segundos.

2.2 Microtração

van Noort et al.⁶⁸ realizaram um estudo com o objetivo de se estabelecer alguma padronização dos testes de resistência adesiva (tração e cisalhamento). Até então, existiam ambigüidades de interpretação dos dados. Para isso, foi realizada a análise por elementos finitos da distribuição de estresse que ocorre nas amostras durante os testes. Os autores concluíram que quando uma resina composta unida à superfície dentinária sofre uma carga, seja em tensão ou cisalhamento, a distribuição de estresse ao longo da interface é não-uniforme. Estes estresses são sensíveis com relação à geometria da carga, forma e tamanho do material unido à dentina e seu relativo módulo de elasticidade. Esta sensibilidade à geometria de carga é mais apurada nos testes de cisalhamento.

Sano et al.⁴⁶ avaliaram a hipótese nula de que não há relação entre a área de superfície adesiva e a resistência de união dos materiais adesivos. Terceiros molares humanos foram extraídos e tiveram a superfície oclusal removida. A superfície dentinária foi coberta com resina composta. Após 24 horas os espécimes foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente em 10-20 secções que foram aparadas em forma de ampulheta usando alta rotação. A área da superfície foi variada alterando-se a espessura do espécime e a largura. Os resultados mostraram que a resistência adesiva à tração foi inversamente proporcional à superfície adesiva. Em áreas abaixo de $0,4 \text{ mm}^2$, a resistência adesiva ficou em torno de 55 MPa para o Clearfill Liner Bond 2 (Kuraray Co., Ltd.), 30 MPa para o Scotchbond MP (3M Dental Products), e 20 MPa para o Vitremer (3M Dental Products). Nestas pequenas áreas todas as falhas foram adesivas. O significado deste estudo foi que o método de microtração permite medição de altos valores de resistência adesiva sem falhas coesivas em dentina. Isto, também permite múltiplas medições a serem realizadas em um único dente. Os autores ainda sugerem mais estudos com relação à estabilidade da união em longo prazo e técnicas que permitam avaliar áreas menores que 1 mm^2 para permitir avaliação de resistência adesiva em várias regiões do preparo cavitário.

Kitasako et al.²³ compararam as resistências adesivas dos testes de tração e cisalhamento de um cimento resinoso experimental e outros quatro cimentos resinosos comercialmente disponíveis no mercado. Após o ensaio, o modo de falha foi classificado após inspeção visual em: a) falha adesiva na interface dente/resina; b) falha adesiva parcial na resina onde os remanescentes de resina permanecem na superfície dentária; c) falha coesiva no cimento resinoso deixando a estrutura dentária completamente coberta por com material resinoso; d) falha coesiva em

esmalte/dentina, seja total ou parcial. Os resultados mostraram que o teste de tração em dentina apresentou um pequeno aumento nas falhas adesivas e os resultados de cisalhamento indicaram um pequeno aumento nessas falhas. Concluíram que uma grande variação nas resistências adesivas pode ocorrer entre os dois testes. Isso implica que mais avaliações por meio de simulação são necessárias para determinar qual tipo de estresse é maior durante a função da restauração. A prova da efetividade dos cimentos resinosos pode finalmente ser determinada por meio de estudos clínicos controlados.

Pashley et al.⁴² realizaram uma revisão de literatura a respeito dos testes de adesão utilizados para se avaliar a resistência adesiva entre adesivos dentinários e o substrato dentinário. Relataram que existe uma grande quantidade de variáveis que podem influenciar o teste de adesão, por exemplo, o substrato: dente humano ou bovino? Regiões profunda, média ou superficial da dentina? Terceiros molares ou incisivos? Superfícies lixadas ou jateadas? Brocas diamantadas ou carbide? Armazenamento em água destilada ou soro fisiológico? Em temperatura ambiente ou a 37°C? Por quanto tempo: 24 hs? Meses? Anos? Termociclagem: temperatura? Tempo de imersão? Número de ciclos? Com relação ao teste: tração ou cisalhamento? Imediato ou 24 hs ou meses após os procedimentos adesivos? Os autores ainda citam muito mais variáveis que podem influenciar nos valores de resistência adesiva tornando difícil a comparação dos resultados entre os estudos de diferentes autores. Segundo esta revisão, os testes convencionais não podem mais ser usados para procedimentos adesivos nem para detectar melhoras no desenvolvimento desses produtos.

Phrukkanon et al.⁴³ avaliaram o efeito da forma de secção transversal (cilíndrica ou retangular) e a área de superfície adesiva na

resistência a microtração e distribuição de estresse em quatro sistemas adesivos dentinários. Além disso, modelos de análise de elementos finitos foram desenvolvidos para investigar distribuição de estresse. Foram utilizados molares humanos onde tiveram o esmalte oclusal removido e cortes verticais. Em metade do dente foram preparados espécimes cilíndricos com broca diamantada em alta rotação e na outra metade foram confeccionadas barras cuja interface adesiva foi aparada em forma de ampulheta. As áreas adesivas obtidas foram de 1,1, 1,5 e 3,1 mm². A velocidade do teste foi de 1mm/min. O resultado encontrado foi que nenhuma diferença foi encontrada entre as amostras cilíndricas e retangulares. O modo de fratura combinou o padrão de distribuição de estresse dos modelos de análise de elementos finitos. Concluíram que quanto maior a área adesiva menor a resistência adesiva. O método de teste utilizando menor área adesiva produz altos valores de resistência adesiva do que aqueles usando áreas maiores. O formato da secção transversal tem pouco efeito na resistência adesiva.

Pashley et al.⁴¹ realizaram uma revisão de literatura a respeito do teste de microtração. O objetivo do trabalho foi descrever as várias modificações do teste de microtração e sua versatilidade, de modo a permitir aos pesquisadores selecionar a modificação que mais se adequa às suas necessidades. Concluíram que o teste de microtração oferece versatilidade que não pode ser obtida por outros métodos convencionais. Pode ser considerado um teste trabalhoso do que os testes convencionais, mas garante um bom potencial para os estudos de adesão de materiais restauradores usados em Odontologia em função do tempo.

Sudsangiam e van Noort⁵⁶ realizaram uma revisão de literatura com o intuito de rever a validade dos métodos mais utilizados na mensuração da resistência adesiva à dentina a suas relevâncias no

desempenho clínico. Os autores relataram a vantagem e desvantagem do teste de tração e cisalhamento e apoiaram o desenvolvimento de um teste que melhor distribuisse a força de carga durante o teste. O teste de microtração idealizado por Sano surgiu desta necessidade. Contudo, deve-se reconhecer que os valores de resistência adesiva deveriam ser cuidadosamente interpretados e, a comparação com os resultados de diferentes laboratórios não é possível. A habilidade da interface adesiva entre dente e restauração a resistir à fratura é complexa e não pode ser simplesmente correlacionada com valores de resistência adesiva laboratorial. Concluíram que a única fonte de informação para a seleção dos adesivos dentinários é o desempenho clínico de diferentes produtos em um determinado período de tempo.

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar a resistência à microtração de uma resina composta de uso indireto a um cimento resinoso após termociclagem, quando submetida ao tratamento de superfície com ácido fluorídrico (gel 10%) em diferentes tempos de condicionamento.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 Materiais

A descrição dos materiais, nome comercial e fabricante estão listados no Quadro 1 e a composição no Quadro 2.

Quadro 1- Especificações dos materiais utilizados (continuação)

Material	Nome comercial	Fabricante
Resina composta indireta	Vita VMLC Lote: 13200	VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha
Resina composta direta microhíbrida fotopolimerizável	W3D MASTER Lote:007/06	Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil
Ácido fluorídrico a 10%	Condicionador de Porcelanas Lote: 634113	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil

Quadro 1- Especificações dos materiais utilizados (conclusão)

Material	Nome comercial	Fabricante
Silano	Monobond-S Lote: H24764	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Schaan
Adesivo Lote: H 23024	Excite DSC (Regular)	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein Schaan
Cimento resinoso Lote: J 19033	Variolink II (Base) (Branco Opaco)	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein Schaan
Cimento resinoso Lote: J 09824	Variolink II (Catalisador) (Amarelo A3)	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein Schaan
Óxido de alumínio (30 µm) Lote: 0006	Cojet Sand	Seefeld, Bayern 3M ESPE, Alemanha
Forno de polimerização	Visio-Alfa Número de série: 900021000229	Seefeld, Bayern 3M ESPE, Alemanha
Forno de polimerização	Visio-Beta Número de série: 910012000169	Seefeld, Bayern 3M ESPE, Alemanha

Quadro 2- Descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção das amostras

Nome comercial	Composição
Vita VMLC	Resina composta microhíbrida fotopolimerizável. Matriz: mistura de bismetacrilatos Partículas: sílica (40-50 nm) 46% em peso
W3D MASTER	Monômeros metacrílicos, sílica pirogênica, silicato de bário e alumínio
Condicionador de Porcelanas	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Monobond-S	3-Metacriloxipropil-trimetoxisilano 1% em peso solução de água/etanol com ácido acético - pH = 4 99% em peso
Adesivo	Mistura de dimetacrilatos, álcool, acrilato de ácido fosfônico, HEMA (hidroxietilmetacrilato), SiO ₂ , iniciadores e estabilizadores
Cimento resinoso	Polimerização dual Matriz: monômero de Bis-GMA, dimetacrilato de uretano, trietilenoglicoldimetacrilato. Partículas (0,04- 3,0 µm): vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio; óxidos mistos esféricos, catalisadores, estabilizadores e pigmentos (73,4% em peso)
Óxido de alumínio (30 µm)	Partículas de óxido de alumínio envolvidas por uma camada de sílica

4.2 Método

Inicialmente, foi confeccionado um padrão de resina acrílica com dimensões de 6 mm de altura, 6 mm de largura e 6 mm de comprimento, como objetivo de se obter blocos de resina composta com tamanhos semelhantes para todos os grupos (Figura 1).



FIGURA 1- Padrão de resina acrílica para obtenção dos blocos de resina composta.

A partir desse padrão, confeccionou-se 42 blocos de RCI que foram cimentados a blocos de resina composta direta (RCD) e o conjunto foi fatiado em várias amostras (com áreas reduzidas e padronizadas) que foram submetidas ao ensaio de microtração (etapas descritas a seguir).

4.2.1 Obtenção dos blocos de resina composta indireta

O padrão de resina acrílica foi moldado com a massa densa do silicone (polivinilsiloxano) polimerizado por reação de adição (Elite HD Putty, Zhermack, Itália) (Figura 2a), obtendo-se um molde para a confecção do bloco de RCI (Figura 2b). Em seguida, a resina composta indireta (Vita VMLC, Vita Zahnfabrik – Alemanha) foi levada, com espátula de plástico, ao interior do molde (Figura 2c) e adaptada em camadas de 1,5 mm. Esta resina possui um sistema de pré-polimerização das camadas incrementais com fotoativação por 5 segundos na unidade Visio-Alfa (3M ESPE) (Figura 2d), que, após o preenchimento do molde (Figura 2e), a fotopolimerização final na unidade Visio-Beta (3M ESPE) (14 minutos de luz + 10 segundos de vácuo) é realizada (Figura 2f). Estes aparelhos têm sua utilização recomendada pelo próprio fabricante da resina (Instruções de uso²⁰).

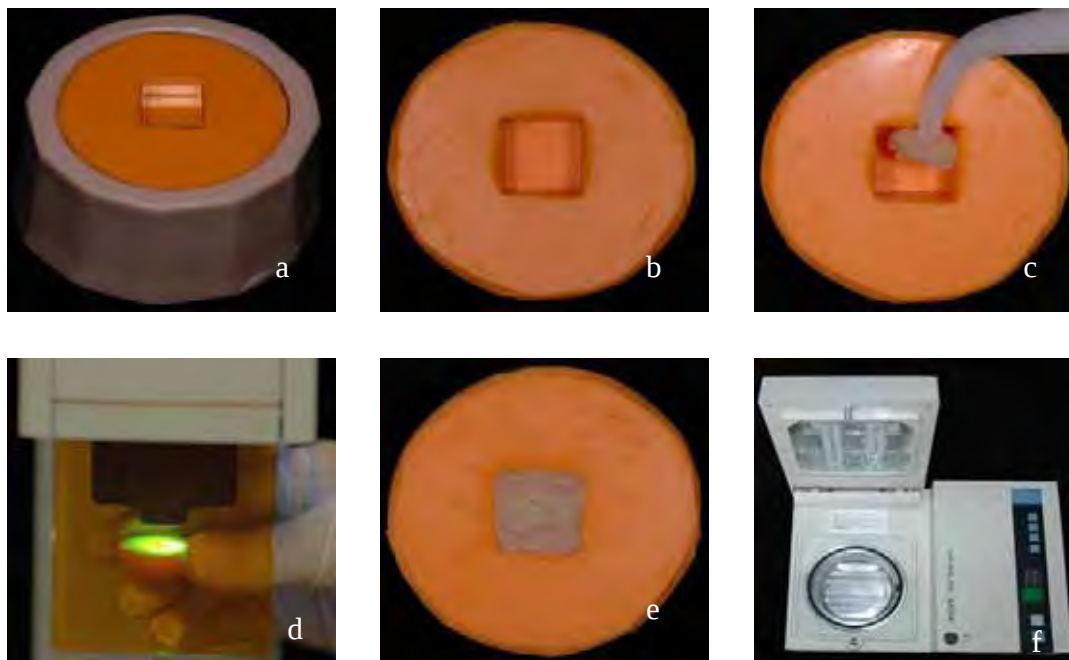


FIGURA 2 - Seqüência de confecção dos blocos de resina composta indireta: a) moldagem do bloco de resina acrílica; b) molde obtido; c) preenchimento do molde com RCI; d) pré-polimerização na unidade Visio Alfa; e) molde preenchido; f) polimerização final na unidade Visio Beta.

Os blocos de RCI foram armazenados em recipientes escuros ao abrigo de luz em temperatura ambiente por 24 horas

Em seguida, os 30 blocos de RCI foram divididos aleatoriamente em 6 grupos (n=5) (Quadro 3), de acordo com o tratamento de superfície (n=5):

- a) Grupo 1 (controle negativo): sem HF;
- b) Grupo 2: HF (60 s) + lavagem com 20 mL de água destilada + secagem com ar comprimido;
- c) Grupo 3: HF (90 s) + lavagem com 20 mL de água destilada + secagem com ar comprimido;

- d) Grupo 4: HF (120 s) + lavagem com 20 mL de água destilada + secagem com ar comprimido;
- e) Grupo 5: HF (180 s) + lavagem com 20 mL de água destilada + secagem com ar comprimido;
- f) Grupo 6 (controle positivo): jateamento com óxido de alumínio (Cojet Sand) por 10 s a uma distância de 10 mm, com pressão de 2,8 bars.

Quadro 3 - Descrição dos grupos deste estudo conforme o tratamento de superfície

Grupo	(n)	Tratamento de superfície	Tempo
1	5	Sem tratamento	-
2	5	HF 10%	60s
3	5	HF 10%	90s
4	5	HF10%	120s
5	5	HF 10%	180s
6	5	Jateamento com óxido de alumínio (Cojet)	10s

Todos os blocos de RCI, após o tratamento de superfície, seja com HF (Figura 3) ou com Cojet (Figura 4) foram armazenados a seco até o momento da cimentação. Dois blocos extras de cada grupo foram confeccionados sendo um bloco submetido à Microscopia Eletrônica de

Varredura (MEV) e Espectrosocopia Dispersiva de Raios-X (EDS) e, o outro analisado em Espectrosocopia de Fotoelétrons Excitados por Raios-X (XPS)

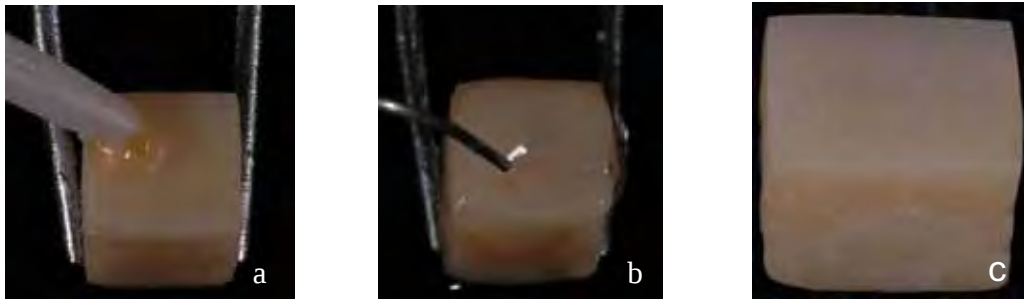


FIGURA 3- Tratamento superficial: a) HF 10% em gel; b) lavagem; c) secagem.



FIGURA 4- Jateamento com óxido se alumínio (Cojet Sand) por 10 s a uma distância de 10 mm com pressão de 2,8 bars.

4.2.2 Obtenção dos blocos de resina composta direta

Os blocos de resina composta direta microhíbrida (W3D Master, Wilcos, Brasil) foram confeccionados do mesmo modo como foram obtidos os blocos de RCI. O padrão de acrílico foi moldado com silicone polimerizado por reação de adição (consistência de massa) (Elite HD – Zhermack) (Figura 5a). Após a polimerização do material de moldagem, o bloco foi removido do interior do molde e a RCD adaptada no seu interior em incrementos de 1,5 mm (Figura 5b). Cada incremento foi fotopolimerizado por 40 segundos (*Ultra-Lume*, Ultradent, EUA), com intensidade de luz maior que 400 mW/cm^2 (Figura 5c) até o preenchimento completo do molde (Figura 5d), obtendo-se um bloco de RCD para cada bloco de RCI. Após a polimerização final, a superfície de colagem da resina composta direta tinha, então, a mesma dimensão da superfície de colagem do bloco de resina composta indireta. Os blocos de RCD foram cimentados imediatamente após sua confecção, no intuito de permitir melhor união ao cimento resinoso e não foram submetidos a qualquer tratamento superficial.

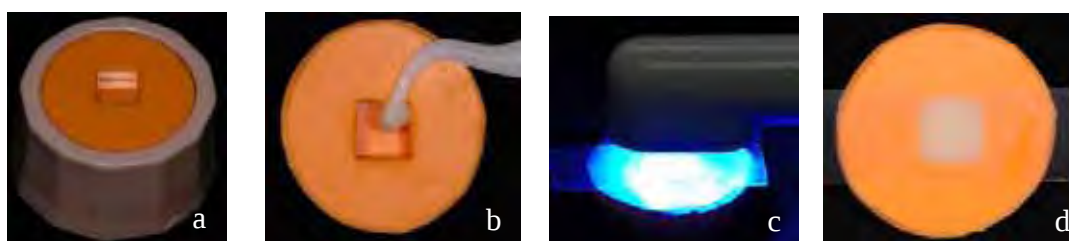


FIGURA 5- Confeção de resina composta direta: a) moldagem do padrão acrílico; b) adaptação da RCD no interior do molde; c) fotopolimerização; d) molde preenchido.

4.2.3 Cimentação dos blocos

A superfície dos blocos de RCI tratados recebeu aplicação do agente de silanização (Monobond-S, Ivoclar Vivadent). Aguardou-se 5 minutos (recomendação do fabricante) para a aplicação de leve jato de ar (Figura 6a). Uma camada do agente adesivo dual Excite DSC foi aplicada, seguindo as recomendações do fabricante, sem fotoativação (Figura 6b). Cada bloco foi unido ao seu respectivo bloco de RCD, empregando o agente cimentante resinoso dual Variolink II (Ivoclar Vivadent) que foi manipulado seguindo as normas do fabricante e aplicado com auxílio de uma espátula plástica sobre a superfície tratada (Figura 6c). Este conjunto foi posicionado em um delineador adaptado (Figura 6d) para a cimentação com a superfície de colagem perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750 g²² utilizada durante a fotoativação.

Após o posicionamento do conjunto RCI/cimento/RCD, os excessos de cimentos foram removidos com pincel, sendo realizada a fotoativação por 40 segundos em cada lado do conjunto, utilizando uma unidade fotoativadora com intensidade de luz maior que 400mW/cm² (Ultra-Lume LED2, Ultradent) (Figura 6e). Os conjuntos RCI/cimento/RCD foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas, até a preparação dos corpos-de-prova.

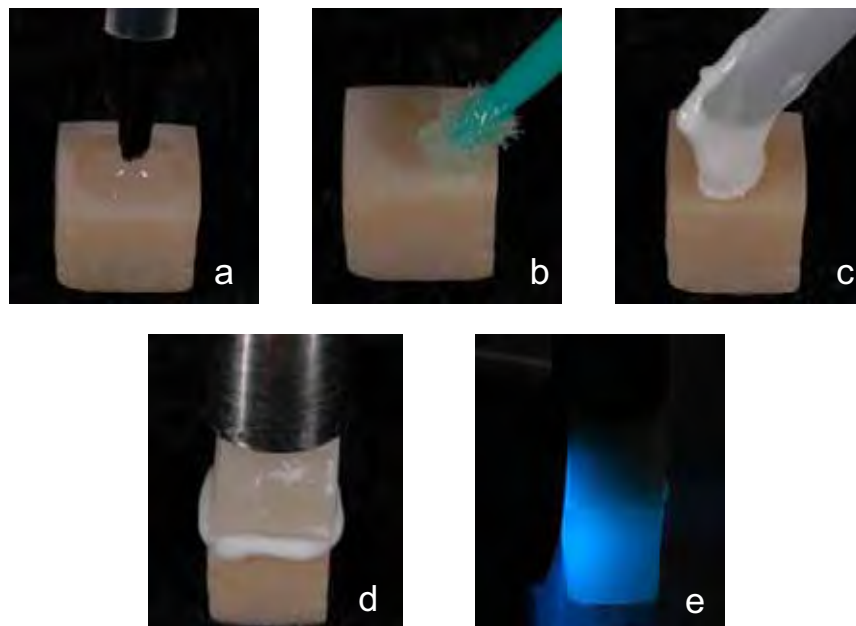


FIGURA 6- Seqüência de cimentação dos blocos: a) aplicação de silano; b) aplicação do agente adesivo; c) aplicação do cimento resinoso; d) posicionamento em delineador adaptado com carga de 750 g; e) fotoativação.

Ao final desta etapa foram obtidos cinco conjuntos RCI/cimento/RCD (n=5) para cada grupo do estudo.

4.2.4 Obtenção dos corpos-de-prova para o teste de microtração (palitos)

Para a obtenção dos CP foram realizados cortes dos conjuntos RCI/cimento/RCD utilizando-se uma máquina de corte adaptada por Andreatta et al.¹. Esta máquina permitiu realizar cortes com precisão de 0,1 mm, por meio de uma peça reta com disco diamantado dupla face 7016 (KG Sorensen, Barueri, Brasil) em baixa rotação, sob refrigeração com água, fixado sobre uma mesa de coordenadas que possibilitou movimentos transversais e longitudinais (Figura 7).



FIGURA 7- Máquina de corte adaptada.

Esses blocos foram fixados com adesivo cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite Ltda, Piracicaba - SP, Brasil) em uma base adaptada à máquina de corte, sendo que, a união adesiva foi posicionada perpendicularmente ao disco diamantado (Figura 8a). O primeiro corte de aproximadamente 0,5 mm foi descartado. Em seguida, foram obtidas três

fatias de $0,8 \pm 0,1$ mm de espessura. Neste momento tem-se o cuidado de não romper essas fatias totalmente, deixando as mesmas unidas por uma pequena espessura de resina próxima à base da máquina (Figura 8b). Removeu-se o bloco da base e o reposicionou de modo que este gire em 90° no eixo y em relação à primeira posição. A primeira fatia de 0,5 mm é descartada, pelo mesmo motivo citado anteriormente. Outras três fatias foram realizadas com as mesmas dimensões, porém a última, foi realizada para separar as fatias entre si (Figura 8c). Desse modo, foram obtidos 9 corpos-de-prova (CP) por bloco (Figura 8d). Considerando que cada grupo foi constituído por 5 blocos, 45 CP formaram cada grupo ($n=45$).

A área de todos os palitos foi mensurada antes da execução do ensaio mecânico, empregando um paquímetro digital (Starret Indústria e Comércio Ltda - São Paulo, SP, Brasil) 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 de união à tração (MPa) que foi calculada pela seguinte fórmula: $R_m = F/A$, onde: R_m é a resistência à microtração; F , a força aplicada; e A , área de união RCI/cimento/RCD.

Os palitos apresentaram as seguintes características: a) forma retangular; b) secção transversal quadrangular com área de $0,64 \text{ mm}^2$, aproximadamente; c) comprimento de 12 mm (baseando-se em Paschley et al.⁴¹).

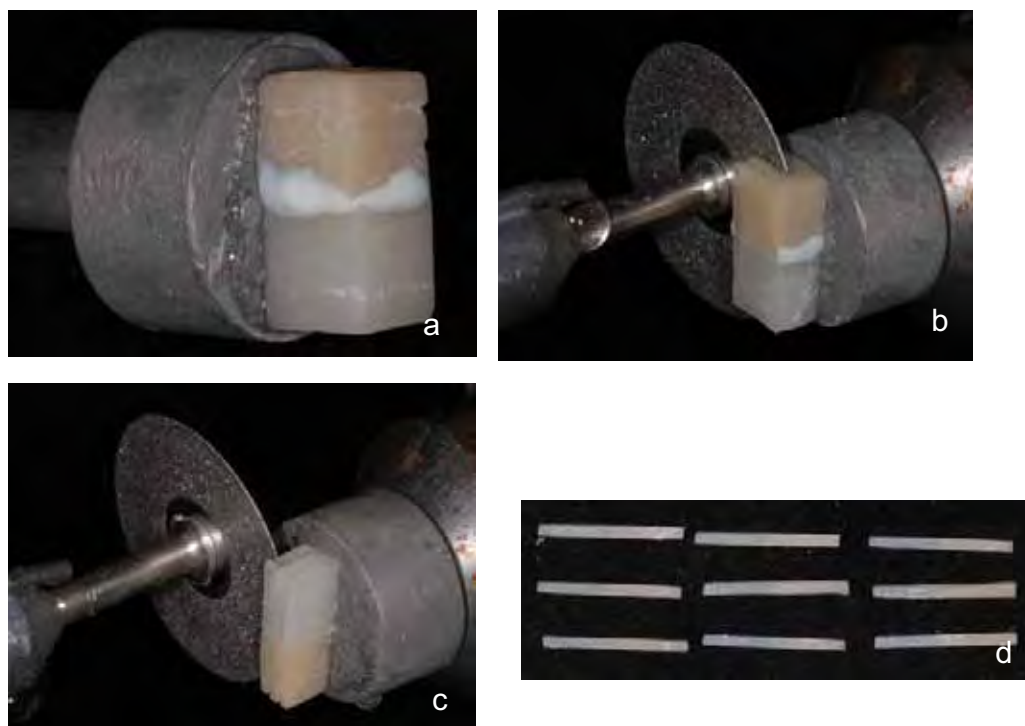


FIGURA 8- Sequência de preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de microtração: a) conjunto RCI/cimento/RCD fixado na base metálica; b) corte do conjunto RCI/cimento/RCD; c) corte da fatia obtida pelo corte do bloco de RCI/cimento/RCD; d) obtenção dos 9 palitos após corte das fatias.

4.2.5 Ensaio de microtração

Inicialmente, os CP foram submetidos à termociclagem durante 6000 ciclos (5°C a 55°C, imersão por 30 segundos em cada temperatura).

Para o ensaio de microtração, cada CP foi fixado, com adesivo cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite), nas garras de um

paquímetro adaptado para o ensaio de modo que a área adesiva ficasse o mais perpendicular possível ao eixo de tração a fim de evitar forças de torção na zona adesiva³. Somente as extremidades da amostra foram utilizadas para a fixação, de tal forma que a zona adesiva permaneceu localizada no espaço livre entre as garras do paquímetro (Figura 9). O paquímetro, juntamente com o CP, foi acoplado à máquina de ensaio universal (EMIC DL1000 – Equipamentos e Sistemas Ltda., São José dos Pinhais – PR, Brasil) com célula de carga de 50 kgf e submetido à tração com velocidade de 1 mm/min até o rompimento da união adesiva da amostra⁴⁹.

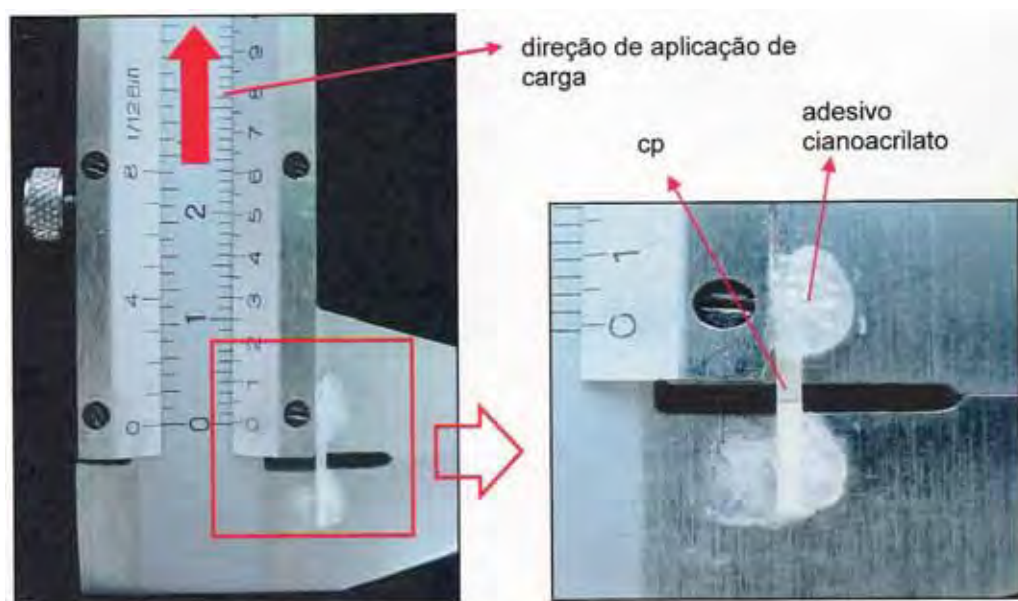


FIGURA 9 – Paquímetro adaptado para o teste de microtração.

4.2.6 Delineamento experimental

Experimento em blocos casualizados. Foram obtidos um total de 30 blocos, divididos aleatoriamente, em seis grupos (quatro experimentais e dois controles). De cada bloco foram obtidos nove CP (palitos).

4.2.7 Análise estatística

Os dados de resistência adesiva (MPa) foram analisados pelo teste da análise de variância (ANOVA). O fator bloco foi considerado efeito aleatório e o fator tratamento superficial como efeito fixo. Os programas computacionais utilizados para análise estatística foram o STATISTIX *software for Windows* (Analytical Software, version 8.0, 2003) e o MINITAB *for Windows* (Minitab, version 14.12, 2004).

Os valores obtidos nas condições controle (G1 e G6) foram comparados com os valores de resistência adesiva dos quatro grupos experimentais (G2, G3, G4 e G5). Por meio do teste de Dunnett, foram efetuadas as seguintes comparações: G2, G3, G4 e G5 em relação ao controle negativo (G1), e ainda, G2, G3, G4 e G5 em relação ao controle positivo (G6).

4.2.8 Análise microscópica

4.2.8.1 Análise por microscopia óptica

Após a realização dos ensaios mecânicos de resistência de união à microtração, as superfícies dos CP foram examinadas em lupa estereoscópica (Microscopia óptica CARL ZEISS Stemi 2000-C) com 50 vezes de aumento para determinação do padrão de falha.

4.2.8.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para análise da microestrutura da RCI e do padrão de tratamento de superfície, em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Jeol-JSM-T330A-Scanning Microscope-Japão*), em aumentos de 500 a 2000 vezes, foi confeccionado um bloco extra para cada grupo (totalizando seis blocos). A obtenção das imagens foi efetuada pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que foi projetado sobre a superfície da amostra. Utilizou-se uma distância de trabalho de 27mm, com voltagem de aceleração de 5 kV. Os CP foram posicionados em uma plataforma de alumínio (*stub*), e realizou-se um recobrimento com uma fina camada condutora de ouro (50 a 100 Ångstron), depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina metalizadora “Denton Vacuum Inc” (Modelo Desk II).

* Laboratório Associado de Sensores e Materiais, do Centro Técnico Aeroespacial, no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – LAS/CTA/INPE

4.2.9 Análise química da superfície de RCI

Os dois blocos extras de cada grupo de RCI foram submetidos à análise química para verificação da presença das substâncias presentes na superfície após o tratamento superficial e detectar a possível ação do ácido fluorídrico tanto nas partículas de sílica como também na matriz orgânica. A técnica do XPS permite não somente a análise do átomo presente na superfície como também informa a presença de grupos funcionais, como por exemplo $-C=C-$, $-OH$, que poderiam influenciar na união entre a interface de resina composta indireta tratada e o cimento resinoso. A presença de $-C=C-$ na superfície da RCI poderia, teoricamente, permitir uma ligação química aos monômeros do cimento resinoso formando uma cadeia polimérica entrelaçada após a fotoativação do mesmo. A presença de $-OH$ poderia criar ligações de hidrogênio atuando também como um fator químico importante na união entre a RCI e o cimento resinoso.

4.2.9.1 Análise química de superfície via EDS

A análise dos elementos químicos presentes nos substratos de resina composta indireta foi feita pela técnica do EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X ou *Energy Dispersive Spectrometry* – EDS). Esta é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O

espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para análises.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção dos espectros de concentração de cada elemento químico presentes em cada uma das amostras de análise. Pode ser considerada uma técnica complementar à XPS.

4.2.9.2 Análise química via Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS)

A Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS) é a técnica mais versátil de análise de superfícies, sendo empregada na análise de vários tipos de amostras: metais, polímeros, cerâmicas, compósitos, semicondutores e amostras biológicas; na forma de lâminas, fibras, pós, partículas ou filmes³³.

Uma fonte de radiação eletromagnética é usada para ejetar os elétrons da amostra. Dois tipos de fontes convencionais de fótons são usadas: lâmpada de descarga de hélio, que produz radiação ultra-violeta ($h\nu=21,2$ e $40,8$ eV para He I e He II, respectivamente), dando origem à espectroscopia de fotoelétrons excitados por ultra-violeta (*ultraviolet photoelectron spectroscopy* – UPS), e raios X moles* ($h\nu=1486,6$ e $1253,6$

* Os raios X moles têm maior comprimento de onda (1Å). Penetram menos nos corpos: e atravessam com grande facilidade as substâncias de pequeno peso atômico, como por exemplo, os elementos fundamentais dos corpos orgânicos, carbono, hidrogênio, oxigênio e nitrogênio.

eV para as linhas $K\alpha$ de Al e Mg, respectivamente), usados em XPS. Para análise de superfícies, XPS é muito mais importante que UPS, pois esta é mais específica aos elétrons de valência^{33*}.

Como os níveis de energias são quantizados, os fotoelétrons possuem uma distribuição de energia cinética que consiste de picos discretos, associados às camadas eletrônicas do átomo fotoionizado. Já que os termos referentes à função-trabalho, Φ , podem ser compensados eletronicamente, a energia cinética do fotoelétron é dada por:

$$E_k = h\nu - E_b$$

Em que E_b é a energia de ligação deste elétron em relação ao nível de vácuo e $h\nu$ é a energia do fóton incidente. A identificação dos elementos presentes na superfície é feita diretamente pela determinação das energias de ligação dos picos dos fotoelétrons de caroço^{**}. A intensidade (área integrada do pico fotoelétrico) é proporcional ao número de átomos no volume detectado, permitindo, portanto, obter informações sobre a composição da superfície³³.

O papel do XPS na caracterização de polímeros tornou-se tão importante nos últimos anos que sua utilização é considerada obrigatória para uma descrição completa do material analisado. É uma técnica espectroscópica não-destrutiva e a análise das energias de ligação dos níveis de caroço, bem como de suas intensidades, fornece valiosas

* Elétrons de valência são os elétrons mais externos de um átomo que participam das ligações químicas.

**Elétrons mais próximos do núcleo.

informações a respeito da composição e da estrutura química das superfícies de macromoléculas³³.

XPS tem a capacidade de detectar pequenas quantidades de material nas superfícies de polímeros. Os polímeros mais comuns são compostos por pequeno número de elementos e, assim, apresentam espectros simples: o pico fotoelétrico C1s e geralmente mais um ou dois picos, tais como o O1s, N1s, F1s e Cl2s, 2p. Aditivos ou contaminantes contêm elementos adicionais: S, P, Si, Al, Na, K, Br, Sn, Cr, Ni, Ti, Zn, Ca, Sb, Ge, e estes elementos, mesmo em concentrações muito baixas, podem ser detectados por XPS, o que faz com que esta técnica seja usada em operações de controle de qualidade ou na solução de problemas que envolvam as propriedades (ópticas, adesivas, elétricas e de processamento) de superfícies³³.

Recentes melhoramentos na instrumentação, principalmente no que se refere à composição efetiva de carga e à resolução espacial, têm permitido uma melhor caracterização de amostras de polímeros multicomponentes, tais quais blendas, biomateriais e compósitos³³.

As análises de XPS foram feitas sob ultra alto vácuo (pressão abaixo de 10^{-7} Pa), usando um espectrômetro HA100 VSW. Para excitação dos elétrons foi utilizada radiação Al-K α , 1486,6 eV, operando com uma corrente de 5mA e voltagem de 13kV. Efeitos de carregamento foram corrigidos através do ajuste de pico de C1s, com banda de energia de 284,6 eV. O ângulo de escape para detecção de elétrons foi de 40°.

Os espectros de alta resolução C 1s, O 1s, N 1s e Si 2p foram ajustados com função gaussiana.

5 RESULTADOS

Os dados obtidos em cada bloco segundo o tratamento superficial são apresentados no apêndice A.

Tabela 1- Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) obtidos nos nove palitos, de acordo com o bloco, sob duas diferentes condições de controle (G1: sem HF e sem Cojet; G6: sem HF e com Cojet)

Blocos	Controle	
	Negativo (G1)	Positivo (G6)
I	41,26 $\pm$ 10,37*	46,34 $\pm$ 9,36
II	29,59 $\pm$ 7,47	47,87 $\pm$ 16,11
III	31,52 $\pm$ 4,75	38,02 $\pm$ 9,92
IV	39,00 $\pm$ 8,61	54,79 $\pm$ 9,90
V	36,85 $\pm$ 13,51	49,87 $\pm$ 8,60
coluna (média $\pm$ dp)	35,65$\pm$10,03	47,38$\pm$11,96

* n = 9

Tabela 2- Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) obtidos nos nove palitos, de acordo com o bloco, sob diferentes tempos de condicionamento com HF.

Blocos	Tempo de condicionamento com HF			
	G2: 60s	G3: 90s	G4: 120s	G5: 180s
I	46,21 $\pm$ 11,53	45,12 $\pm$ 9,60	44,52 $\pm$ 10,80	32,26 $\pm$ 13,68
II	40,03 $\pm$ 7,94	38,12 $\pm$ 13,27	36,23 $\pm$ 6,92	37,14 $\pm$ 11,49
III	31,78 $\pm$ 9,54	33,46 $\pm$ 10,62	39,61 $\pm$ 7,14	45,58 $\pm$ 16,74
IV	38,62 $\pm$ 8,97	45,88 $\pm$ 8,39	40,02 $\pm$ 6,12	49,61 $\pm$ 5,72
V	44,34 $\pm$ 14,52	42,21 $\pm$ 7,80	42,68 $\pm$ 8,87	44,72 $\pm$ 5,72
coluna (média $\pm$ dp)	40,20$\pm$11,45	40,96$\pm$10,73	40,61$\pm$8,28	41,86$\pm$13,59

A partir das Tabelas 1 e 2 foram calculadas as respectivas medidas-resumo numéricas de tendência central (média) e de dispersão (desvio padrão, coeficiente de variação e faixa de valores) apresentados na Tabela 3, mostrada a seguir.

Tabela 3- .Estatística descritiva dos dados de resistência adesiva (MPa).

Grupos	N	Média	Desvio padrão	Coef. Var. (%)	Mínimo	Máximo	Faixa
G1:	5	35,64	4,95	13,88	29,59	41,26	11,67
G2:	5	40,20	5,63	14,00	31,78	46,21	14,43
G3:	5	40,96	5,18	12,65	33,46	45,88	12,42
G4:	5	40,61	3,17	7,80	36,23	44,52	8,29
G5:	5	41,86	7,01	16,74	32,26	49,61	17,35
G6:	5	47,38	6,12	12,93	38,02	54,79	16,77

A distribuição dos valores de resistência à microtração em torno das respectivas médias, e, ainda, a dispersão dos mesmos, quantificados pelas medidas dos desvios padrões, é apresentada de forma gráfica por meio dos gráficos de colunas ($\text{média} \pm \text{desvio padrão}$) e de pontos (*dotplot*) obtidos nas quatro condições experimentais em relação aos dois grupos de controle (Figura 10).

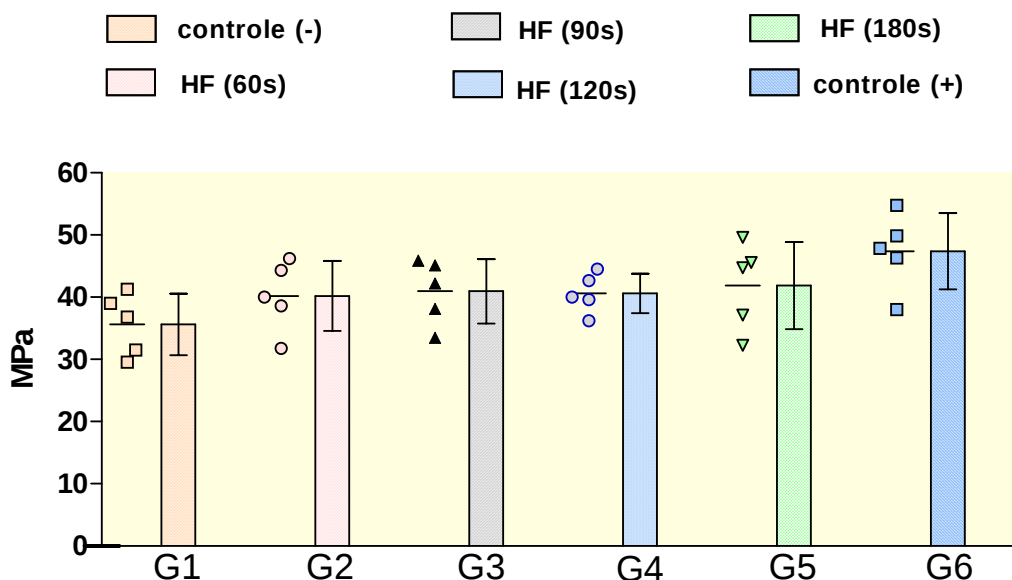


FIGURA 10 - Distribuição dos valores em torno das respectivas médias (gráfico de pontos, *dotplot*) e correspondente gráfico de colunas (média±dp) dos valores de resistência adesiva referentes às condições experimentais.

Pode-se observar das informações acima que, quanto à variabilidade, as condições estabelecidas pelos grupos G5 e G6 apresentam maior variabilidade frente à condição estabelecida pelos grupos G2, G3 e G4. E, ainda, que os valores de resistências médias obtidas pelas condições controle apresentam o maior valor (G6) e o menor valor (G1) em relação às quatro outras condições experimentais.

Para avaliar a influência do tratamento de superfície quanto à resistência adesiva, os dados obtidos nas quatro condições experimentais (apêndice A) em nosso experimento em blocos ao acaso com repetições, foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância, após ser considerado a distribuição dos resíduos. Os valores resíduos, decorrentes

do ajuste do modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para válidas inferências estatísticas e foi determinado que os dados originais possibilitaram um adequado ajuste, porque se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade (Figura 11), e, ainda, que há uniformidade dos resíduos (homocedasticidade) (curva resíduos em relação aos valores ajustados) (Figura 12). Conseqüentemente, nenhuma das suposições do modelo ANOVA foram violadas.

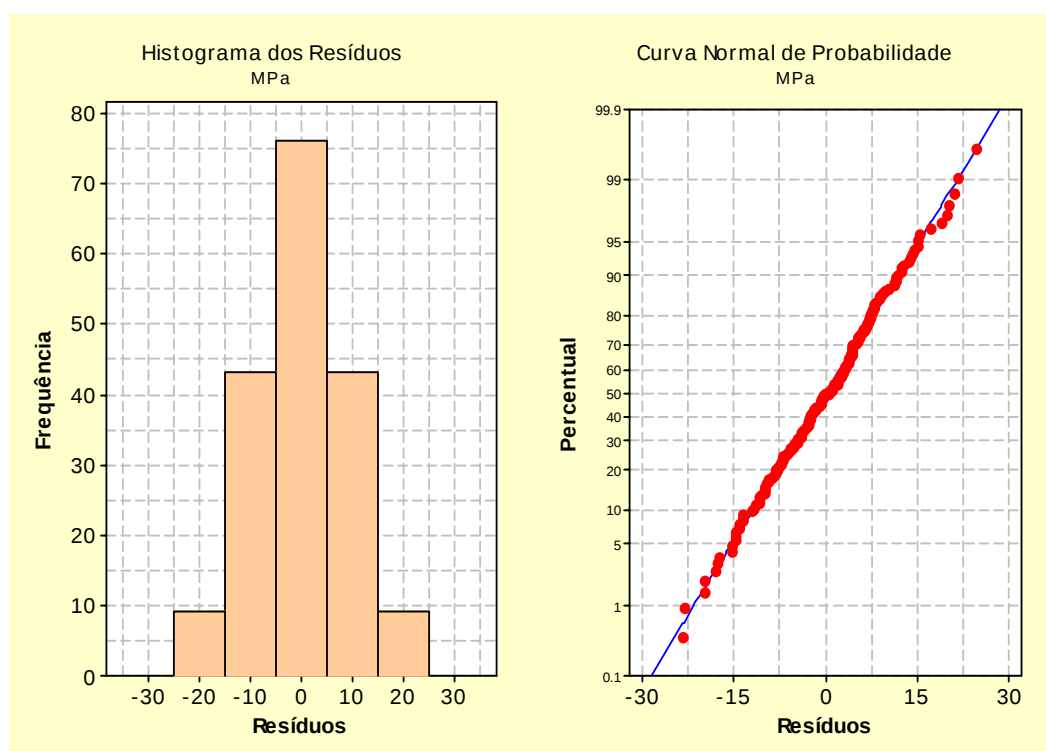


FIGURA 11 - Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos valores resíduos (normalidade) do modelo ANOVA.

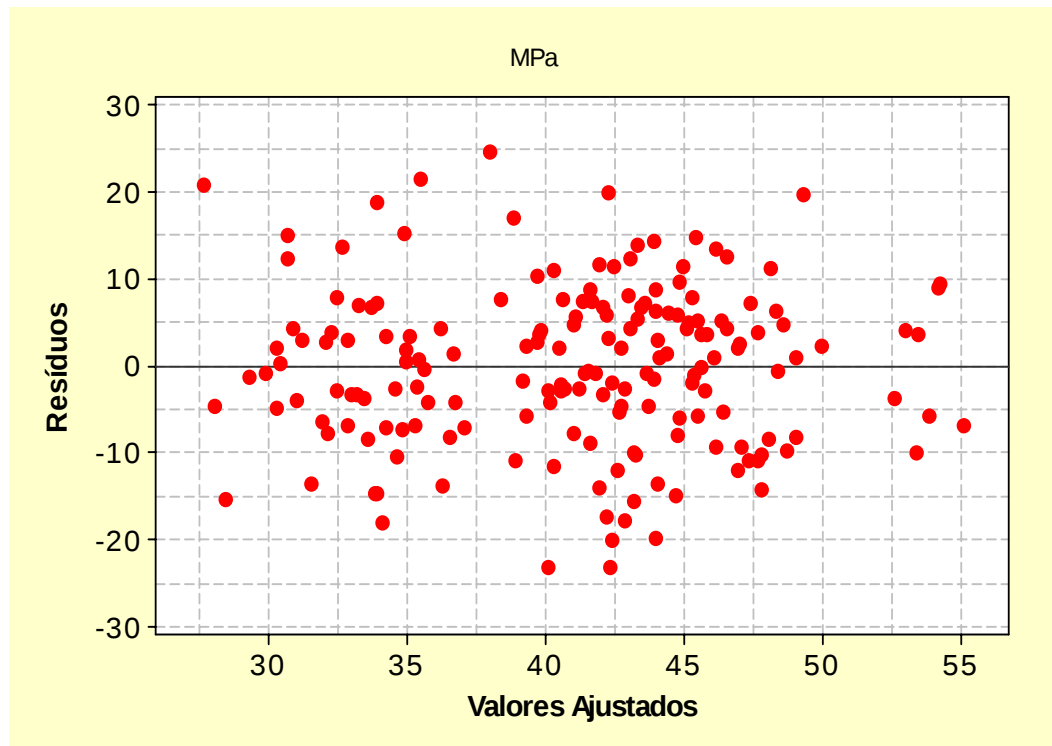


FIGURA 12 - Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).

O teste ANOVA (Tabela 4), indica que o efeito tratamento de superfície não é estatisticamente significativo.

Tabela 4 - Anova para os dados de resistência obtidos, com o ensaio de microtração, no experimento em blocos ao acaso

Fonte de variação	gl	SQ	QM	F	p
palitos	8	3065,7	383,211		
Blocos	4	1254,8	313,703		
Resíduo I	32	2323,5	72,608		
Grupos (Trat. Superf.)	3	67,6	22,524	0,19	0,9003
Resíduo II	132	15326,7	116,111		
Total	179	22038,2			

p>0,05

Quando se comparam os grupos G2, G3, G4 e G5 em relação, ao grupo controle negativo (G1) se verifica, por meio do teste de Dunnett, que apenas o G5 difere do G1 (Tabela 5).

Tabela 5 - Intervalo de confiança para o valor médio de diferença (95%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais em relação ao Controle (G1), por meio do teste de Dunnett

Grupos	Média	Limite inferior	Diferença	Limite superior	Valor crítico de comparação
1: Controle negativo	35,646				
2: HF (60s)	40,198	-0,932	4,552	10,036	5,4840
3: HF (90s)	40,959	-0,171	5,313	10,797	
4: HF (120s)	40,613	-0,517	4,967	10,451	
5: HF (180s)	41,861	0,731	6,215*	11,699	

Quando se comparam os grupos G2, G3, G4 e G5 em relação ao grupo controle positivo (G6) se verifica, por meio do teste de

Dunnnett, que os tratamentos superficiais G2, G3 e G4 diferem de G6 (Tabela 6).

Tabela 6 - Intervalo de confiança para o valor médio de diferença (95%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais em relação ao Controle positivo (G6), por meio do teste de Dunnnett

Grupos	Média	Limite inferior	Diferença	Limite superior	Valor crítico de comparação
6: Controle positivo	47,376				
2: HF (60s)	40,198	-12,793	-7,178*	-1,563	5,6151
3: HF (90s)	40,959	-12,032	-6,417*	-0,802	
4: HF (120s)	40,613	-12,378	-6,763*	-1,148	
5: HF (180s)	41,861	-11,130	-5,515	0,100	

Nota-se uma predominância de falhas do tipo coesiva em RCI (VMLC), em todos os grupos, exceto para o grupo 3, na qual houve predominância de falhas do tipo coesiva em cimento e para o grupo 5, na qual houve uma equivalência de valores entre falhas coesiva em VMLC e coesiva em cimento. As falhas coesivas na resina composta direta (W3D) foram relativamente menos prevalentes que os outros tipos de falhas e, no grupo 3 foi observada a ausência de falhas desta natureza (Figura13).

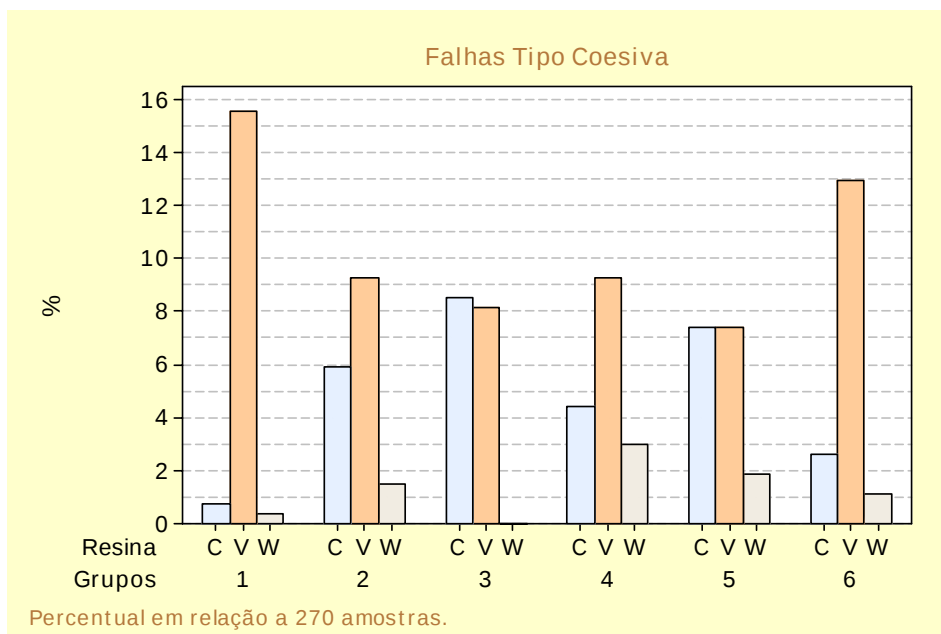


FIGURA 13- Porcentagem de falhas encontradas nas amostras em cada grupo. C: cimento resinoso; V: resina composta indireta VMLC; W: resina composta direta W3D.

Esta observação torna-se mais notável quando comparamos a quantidade dos tipos de falhas em relação à natureza das mesmas (Figura 14). Nota-se que das 270 falhas existentes, ocorreram: a) 170 falhas coesivas em VMLC; b) 80 falhas coesivas em cimento resinoso e c) 20 falhas coesivas em W3D. As Figuras 15, 16 e 17 ilustram os três tipos de falhas encontradas nos CP.

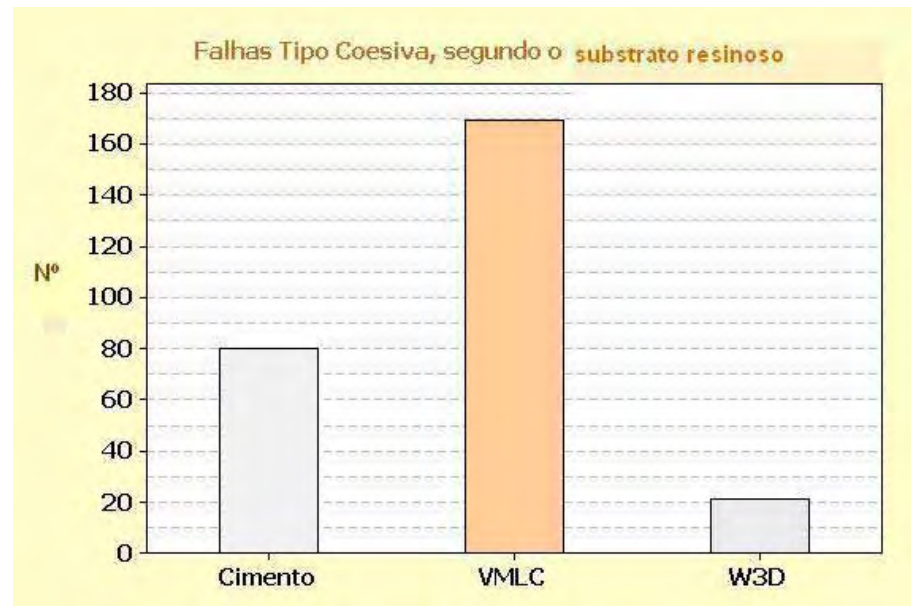


FIGURA 14- Número de falhas encontradas, segundo o substrato resinoso.

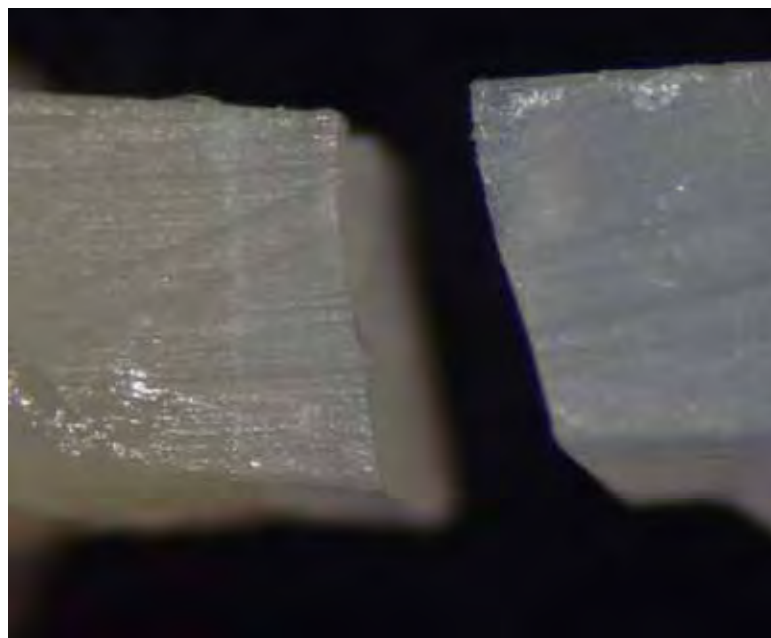


FIGURA 15 – Fratura coesiva em RCD (W3D).

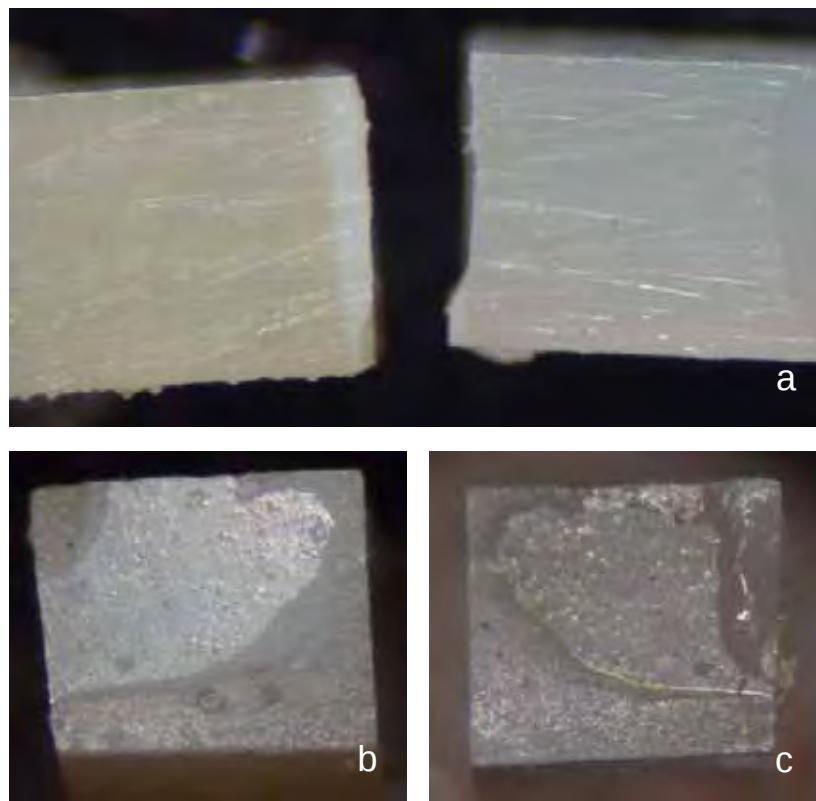


FIGURA 16 – Fratura coesiva em cimento resinoso: a) vista lateral; b) resquícios de cimento resinoso sobre RCI; c) resquícios de cimento resinoso sobre RCD.



FIGURA 17 – Fratura coesiva em RCI (VMLC).

5.1 Análise topográfica com MEV

A microscopia eletrônica de varredura das superfícies dos blocos foi realizada com o objetivo de avaliar as alterações criadas pelo tratamento de superfície da resina composta indireta. Nas Figuras 18, 19, 20, 21, 22 e 23 podem ser observadas as imagens obtidas com aumento de 500x e 2000x das superfícies da RCI, nos grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6 , respectivamente.

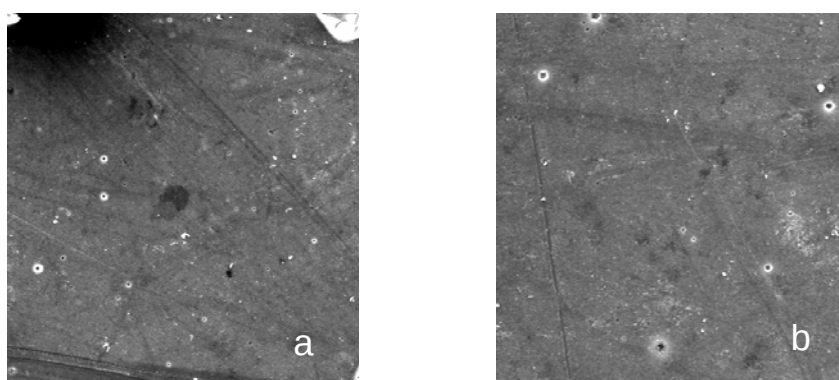


FIGURA 18 – Superfície da RCI do grupo 1: a) 500x e b) 2000x.

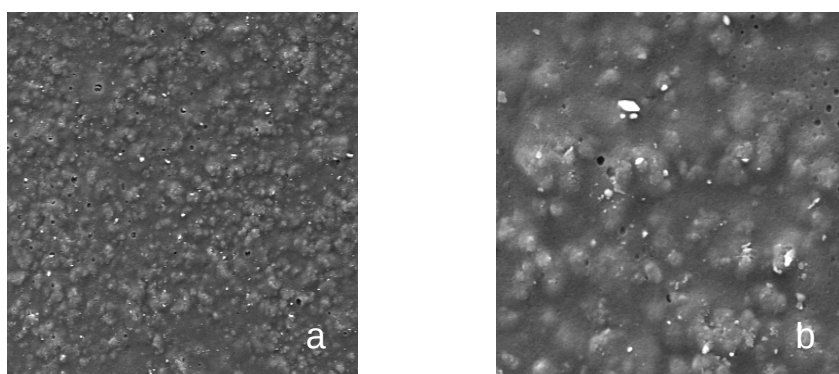


FIGURA 19 – Superfície de RCI do grupo 2: a) 500x e b) 2000x.

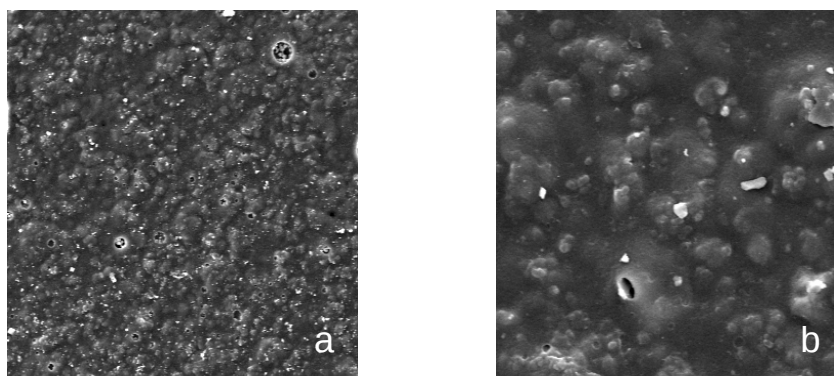


FIGURA 20 - Superfície de RCI do grupo 3: a) 500x e b) 2000x.

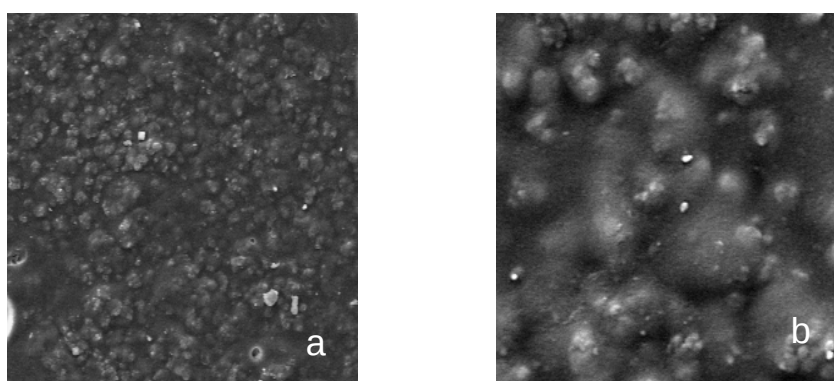


FIGURA 21 - Superfície de RCI do grupo 4: a) 500x e b) 2000x.

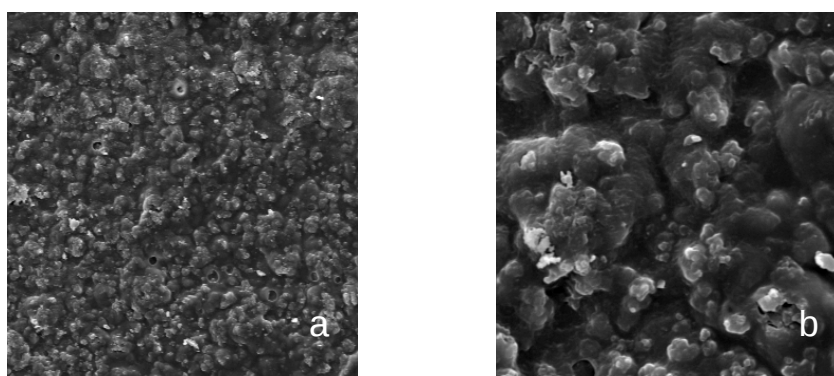


FIGURA 22 - Superfície de RCI do grupo 5: a) 500x e b) 2000x.

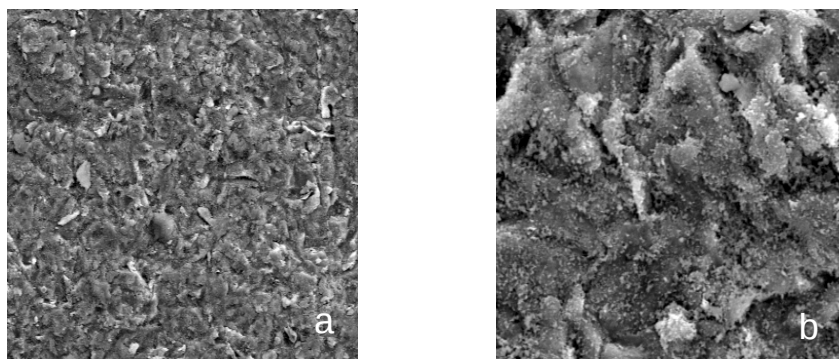


FIGURA 23 - Superfície de RCI do grupo 6: a) 500x e b) 2000x.

As imagens indicam que há uma diferença na topografia da resina composta indireta à medida que o tempo de ação do ácido fluorídrico aumenta. No grupo 5 observou-se uma dissolução acentuada da camada orgânica da superfície da resina, com formação de crateras profundas. Para o grupo tratado com Cojet (G6), na qual o tratamento superficial é realizado por meio de deposição de sílica, a topografia é completamente diferente dos grupos anteriores, porém com muitas irregularidades, aumentando a área de superfície e consequentemente fornecendo maior embricamento mecânico. Neste caso, o grupo controle serviu como comparação por ser o tratamento muito conhecido e um dos mais indicados como meios de tratar a superfície interna das restaurações.

5.2 Análise química (EDS) das superfícies da RCI

A análise química utilizando EDS permitiu a identificação dos elementos químicos presentes na superfície da resina composta indireta após a realização dos tratamentos de superfície.

As Figuras 24, 25, 26, 27, 28 e 29 indicam os resultados das análises obtidas para os grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6, respectivamente, após o tratamento de superfície. Observou-se que nos grupos 1 e 2 existe uma quantidade considerável de sílica presente na superfície da RCI, enquanto nos demais grupos experimentais foi detectada uma drástica redução neste quantidade, exceto o grupo 6 na qual a superfície foi jateada com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica revelando a maior quantidade deste elemento. Enquanto a quantidade de sílica diminui com o aumento do tempo de ação do ácido nos grupos experimentais, a quantidade de carbono e oxigênio aumenta. Apesar da RCI ter sido tratada com ácido fluorídrico não foi detectada a presença de fluoretos em sua presença. Um quantidade muito pequena de nitrogênio foi detectada.

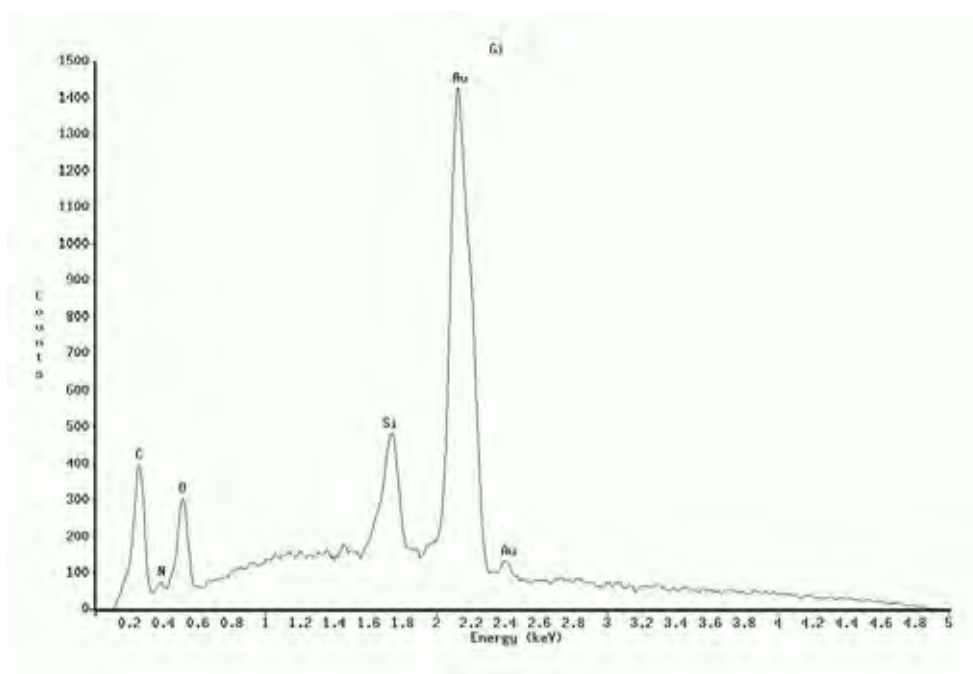


FIGURA 24 – EDS da superfície da RCI não tratada (Grupo1).

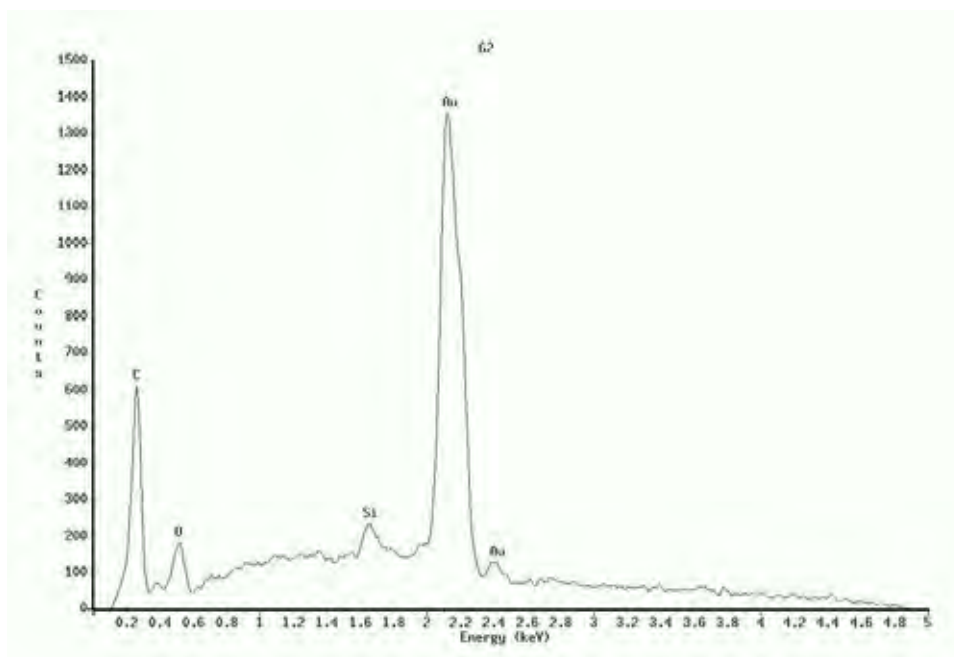


FIGURA 25- EDS da superfície da RCI tratada com HF 60 s (Grupo 2).

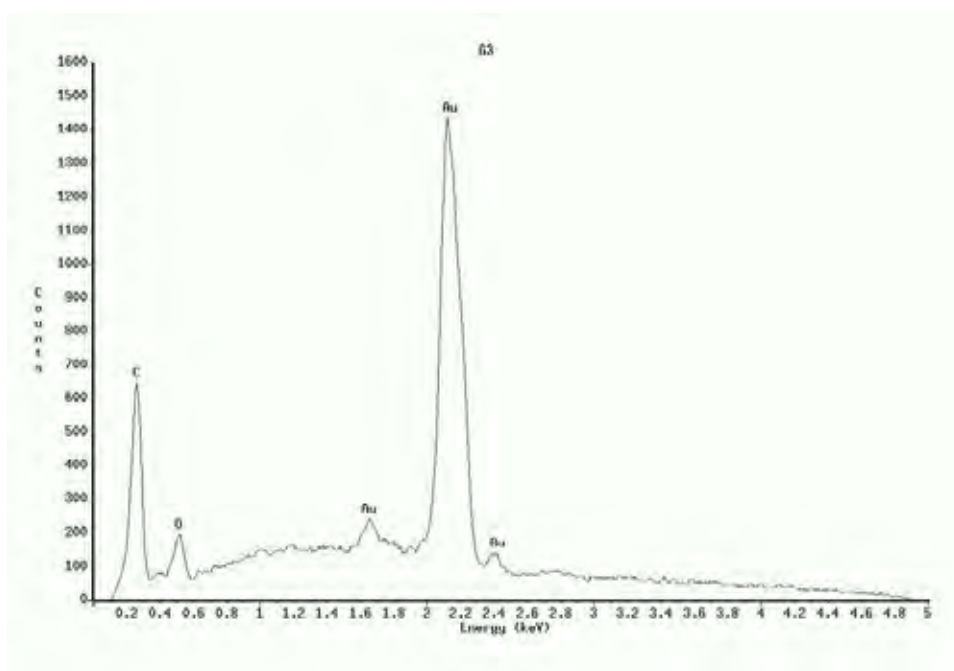


FIGURA 26- EDS da superfície da RCI tratada com HF 90 s (Grupo 3).

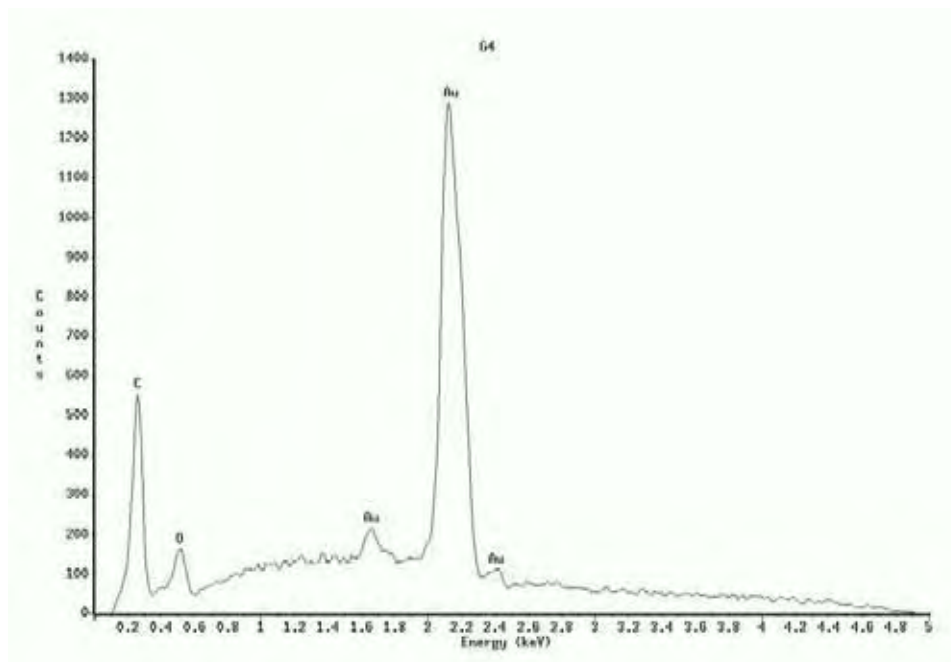


FIGURA 27- EDS da superfície da RCI tratada com HF 120 s (Grupo 4).

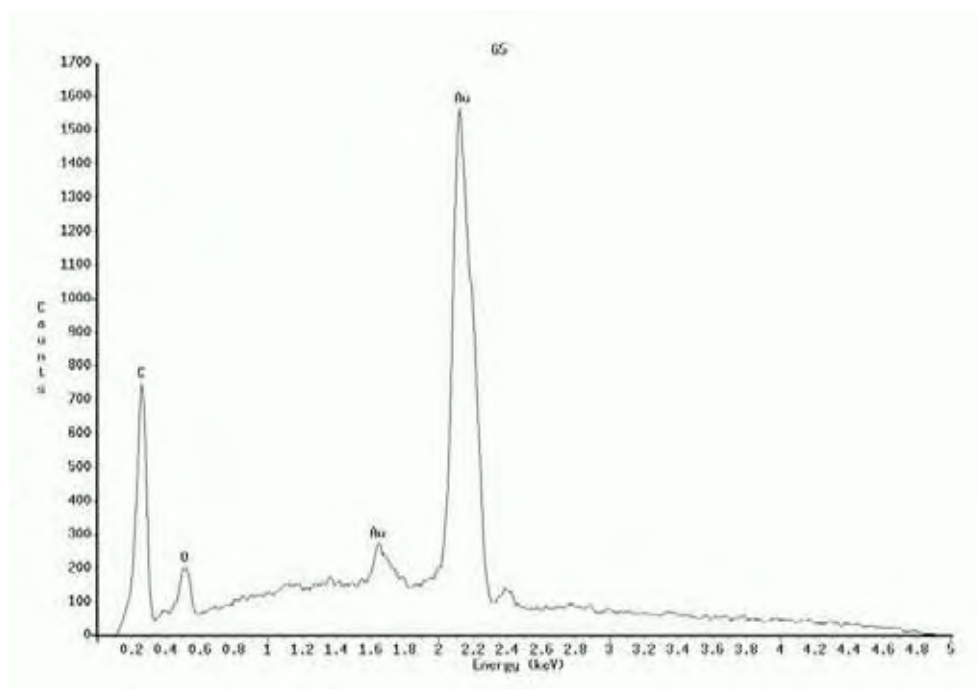


FIGURA 28- EDS da superfície da RCI tratada com HF 180 s (Grupo 5).

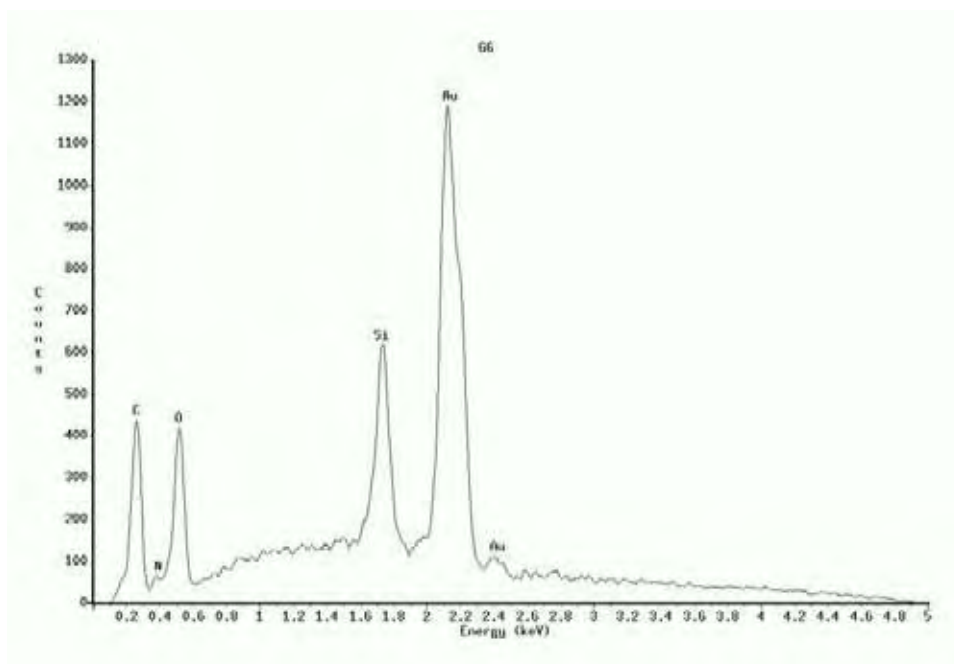


FIGURA 29- EDS da superfície da RCI tratada com Cojet (Grupo 6).

5.3 Análise da superfície por meio de XPS

A análise química por meio de XPS (Tabela 7 e Apêndice B) revela que os componentes presentes na superfície da resina composta diminuem ou aumentam de acordo com o tempo de ação do HF. No grupo controle negativo (G1) existe 64% da presença de ligações C-C e C-H, diminuindo essa concentração para 56% quando o tempo aumenta para 60 segundos. Já no grupo 3, na qual o HF age por 90 segundos, a quantidade dessas ligações voltam a 64%, chega até 66% no grupo 4 (HF 120 s), decresce até 53% no grupo 5 (180 s) e aumenta 2 pontos percentuais (55%) no grupo controle positivo (Cojet). Os mesmo padrões de diminuição e aumento da porcentagem das ligações são observadas no C-O, C-N sendo que no grupo 4 a porcentagem chega a diminuir em até 9 pontos

percentuais e volta a aumentar novamente no grupo 5. Um fato interessante acontece nas ligações C=O e O-C=O na qual existe um decréscimo de 9 pontos percentuais chegando a 4%. Com relação à formação de OH, O adsorvido, C=O, C-O e H₂O a porcentagem dessas ligações varia, ora aumentando ora diminuindo sem seguir uma tendência. No grupo controle negativo, o XPS para o silano detecta apenas 5% dessa molécula na superfície enquanto no grupo 3 (HF 90 s), essa porcentagem chega até 70%. Talvez isso explique a baixa porcentagem de SiO₂ encontrada no mesmo grupo - apenas 30% quando comparados os 95% do grupo controle negativo. O grupo controle positivo (Cojet) serve como um parâmetro de comparação, pois o tratamento de superfície é diferente. Apresenta 83% de SiO₂ e 17% de silano em sua superfície.

Tabela 7- Porcentagem de componentes na superfície da RCI por XPS

Componentes	Energia de ligação (eV)*	G1	G2	G3	G4	G5	G6
C1s							
C-C, C-H	284,6	64	56	64	66	53	55
C-O, C-N	286,3	23	19	24	14	23	12
C=O, O-C=O	288,6	13	11	12	4	10	2
N1s							
N-C	399,2	100	100	100	100	100	91
O1s							
OH, Oads	530	13	14	23	19	18	18
C=O	532	66	54	59	52	58	25
C-O, H ₂ O	533,2	21	25	18	21	18	51
Si2p							
Silano	102,5	5	11	70	15	26	17
SiO ₂	103,5	95	88	30	85	74	83

* Referência de energias de ligação com variação de $\pm 0,3$. Calibração: C1s 284,6 eV.

6 DISCUSSÃO

De acordo com os resultados obtidos e analisados estatisticamente, o tratamento de superfície foi efetivo e não apresentou diferença estatisticamente significativa na resistência à microtração entre resina composta indireta/cimento resinoso. Contudo, quando o teste de Dunnet é aplicado verificou-se que o condicionamento com ácido fluorídrico, em gel a 10%, por 180s, proporcionou, na média, os maiores valores de resistência adesiva (estatisticamente significativa) que o grupo controle negativo. A aplicação do agente adesivo pode ter sido o fator favorável na resistência à microtração. Mesmo assim, a comparação entre as pesquisas é difícil de ser realizada devido às inúmeras variáveis envolvidas nos diferentes estudos. Por esta razão, os procedimentos de tratamento de superfície encontrados na literatura são, muitas vezes, controversos.

O grande percentual de falhas coesivas na resina composta indireta (VMLC) talvez possa ser explicado pelo alto grau de polimerização da resina, tornando-a “mais friável” a ponto de não resistir tão bem a um teste de microtração do que uma resina cuja polimerização da cadeia é um pouco menor, deixando-a um pouco mais “flexível” para resistir à essas forças.. De qualquer forma, foi observado no grupo 3, onde houve predominância de falhas do tipo coesiva em cimento resinoso, que os valores de resistência adesiva foram relativamente altos em relação ao grupo 2, porém não estatisticamente significativa. Os resultados da análise por MEV, EDS e XPS demonstram que a partir do condicionamento com ácido fluorídrico a 90 s existe uma drástica diminuição de partículas de sílica

na superfície da resina composta e um aumento na concentração de carbono e oxigênio, o que nos leva a crer que, provavelmente, o ácido tenha causado alguma reação nas cadeias de carbono das moléculas. Talvez este fator possa estar associado à união química entre as moléculas da superfície da resina composta ao cimento resinoso por meio da aplicação de silano e adesivo. A análise em MEV no grupo 5 sugeriu uma dissolução acentuada da camada orgânica da superfície da resina, com formação de crateras profundas. Apesar desses achados, a resistência de união foi maior que todos os grupos experimentais. Por isso, existe a suspeita de que não somente o embricamento mecânico causado pela dissolução das partículas de sílica tenha colaborado na resistência de união, como também pode haver uma união química entre as moléculas da superfície da resina composta e o cimento resinoso, por meio do silano e adesivo, agindo como sinergista, promovendo uma união muito mais forte.

Apesar da termociclagem influenciar negativamente nos valores de resistência adesiva^{36 e 38}, os altos valores de resistência obtidos em nosso estudo, mesmo após a termociclagem por 6000 ciclos, demonstra que a união entre a interface de resina composta indireta tratada com ácido fluorídrico em gel a 10% por 180 segundos foi estável e cujo significado clínico poderá ser uma restauração com maior longevidade.

Apesar do tratamento de superfície com ácido fluorídrico ser contra-indicado por muitos autores, pela hipótese do amolecimento^{50 e 57} ou mesmo a absorção do ácido pela matriz orgânica⁵⁷ prejudicando a adesão, nenhum estudo na literatura até agora, comprovou esta teoria. Cada fabricante especifica um protocolo de cimentação que geralmente é complexo e varia muito de acordo com o tipo de material.

Segundo Özcan et al,³⁷ em porcelanas feldspáticas, o ácido fluorídrico dissolve tanto os componentes vítreos como os cristalinos da

cerâmica dependendo da concentração do ácido e da composição do material a ser condicionado.

A subsequente aplicação do silano, recomendado por alguns fabricantes, aumenta a molhabilidade, na superfície interna da restauração melhorando a resistência de união entre a restauração e o cimento⁵. Contrariando esses autores, Brosch et al. Söderholm e Roberts⁵³ e Swift et al.⁵⁷ acreditam que a efetividade do agente de ligação silano em melhorar a união de resina composta à superfície resina composta previamente jateada é equivocada. Segundo Brosch et al.⁷ o fator mais importante para a resistência adesiva é o embricamento mecânico e então, o silano parece ser desnecessário para reparos em resina composta. Com as análises químicas obtidas em nosso estudo existe uma forte tendência em haver um fator químico auxiliando na resistência de união entre os materiais. Acreditamos que o silano desempenhe uma função de colaboração na resistência de união entre os materiais. Por meio das fotomicrografias e análise química observou-se a presença de partículas de sílica e de irregularidades cada vez mais acentuadas na superfície das RCI à medida que o tempo de ação do ácido fluorídrico aumentou. De acordo com Soares et al.⁵¹ e Swift et al.⁵⁷ a silanização não teve efeito após o condicionamento com ácido fluorídrico, porque o condicionamento removeu as partículas de vidro, não deixando partículas disponíveis para adesão na superfície da resina composta e por esta razão não haveria necessidade de silanização desta superfície. Este fato não ocorreu em nosso estudo. As fotografias observadas em MEV associadas às análises químicas por EDS e XPS revelaram a presença de partículas de sílica na superfície da resina composta indireta mesmo após o condicionamento ácido. Portanto, nesta pesquisa, o silano exerceu sua função. Sabendo-se que o silano é um agente de ligação e sua molécula bifuncional se une a partículas expostas na resina composta e ao adesivo

permitindo as moléculas reagirem com os grupos metacrilatos no agente adesivo³⁰, consideramos o uso do silano importante para se criar este tipo de união entre o substrato resinoso e o agente adesivo. Além disso, de acordo com estudos de Hooshmand et al.,¹⁸ o armazenamento em água teve um pequeno efeito nos espécimes tratados com silano. Este achado demonstra a importância do uso do silano para a adesão em longo prazo^{52 e 54}, principalmente em casos onde os espécimes foram submetidos à termociclagem.

De acordo com os estudos de Bouschlicher et al.⁵ três possíveis mecanismos estão relacionados com o uso de adesivos, associados ou não ao silano, na superfície de restaurações indiretas: formação de união química à matriz resinosa da resina composta, uniões silanóis às partículas expostas, e retenção micromecânica causada pela penetração do monômero nas microporosidades da matriz condicionada. Segundo Shahdad e Kennedy⁴⁸, esses materiais geralmente têm um coeficiente de penetração que ajuda no processo de adesão. Hisamatsu et al.¹⁷ preconizam o uso de silano e adesivo na superfície de resinas compostas para uma união consistente entre os materiais resinosos. O uso de adesivo na superfície interna da restauração molha a superfície, ativa radicais livres e aumenta a superfície para melhorar as propriedades de união¹⁴.

Nos trabalhos de Hauptmann e Mandarino¹⁶ e Latta e Barkmeier²⁷ os resultados mostraram proximidade de valores entre os corpos-de-prova de resina composta e porcelana que foram condicionados ou não com ácido fluorídrico. E ainda, afirmam que tanto o jateamento ou o uso de ácido fluorídrico são importantes para melhorar a adesão destes materiais restauradores. Apesar do jateamento com partículas de óxido de alumínio e silicatização serem empregados e indicados na literatura como os

procedimentos mais adequados para tratar a superfície de resina composta ou cerâmica^{4,5,7,9,16,27,31,36,39,48,51,55,57,64 e 66}, nesta pesquisa, os resultados sugeriram a utilização do HF para cimentação de restaurações do tipo *onlay/inlay/overlay*. Os valores de resistência de união obtidos por meio do condicionamento com ácido fluorídrico foram muito próximos àqueles alcançados quando a superfície de resina é tratada por jateamento.

Graças a pesquisadores como Sano et al.⁴⁶ foi possível o desenvolvimento de um teste capaz de eliminar ou diminuir a distribuição não-uniforme de estresse na interface adesiva revertendo ao mais tradicional desenho do espécime na forma de haltere. A este teste foi dado o nome de microtração que, naquela época, envolvia a aplicação do sistema adesivo sobre a superfície oclusal aplainada do dente na qual era recoberta com uma resina composta. O teste de microtração mostrou uma melhora nos entendimentos das propriedades da interface adesiva e deveria, teoricamente, desenvolver uma distribuição de estresse uniforme se houver um correto alinhamento da amostra⁴². O uso de espécimes pequenos requer dispositivos especiais que garantam a aplicação de forças de tração pura evitando forças de torção. Os espécimes inicialmente eram exclusivamente preparados em forma de ampulheta⁴⁶, porém o uso de canetas de alta rotação à mão livre para reduzir a área adesiva pode causar falhas prematuras devido aos movimentos excêntricos da broca, gerando vibrações no espécime, assim como um uma força de corte desigual. Baseando-se nestes estudos, os espécimes desta pesquisa foram cortados em forma de palitos com média de área seccional em torno de 0,64 mm². Sano et al.⁴⁶ relataram que existe uma relação inversamente proporcional entre a área de superfície adesiva e a resistência de união dos materiais adesivos. Quanto menor a área adesiva do substrato maiores valores de resistência adesiva serão obtidos no teste de microtração.

van Noort et al.⁶⁸ objetivaram estabelecer uma padronização dos testes de resistência adesiva (tração e cisalhamento). A análise por elementos finitos da distribuição de estresse que ocorre nas amostras durante os testes foi realizada e constatou-se que os valores de resistência adesiva podem apenas ser usados para comparar a efetividade dos agentes de união e não podem ser relacionados diretamente ao que acontece clinicamente. Isto porque ainda há pouco conhecimento do estresse na interface que é gerado clinicamente em dentes restaurados devido à aplicação de uma carga oclusal. Os autores relataram ainda que existem dois recursos potenciais para a grande diferença nos valores de resistência adesiva. Primeiro, poderia haver essa diferença devido às diferenças na dureza da resina composta usada e variações no ponto de aplicação da carga, na qual contribuirão para a diferença experimental dos dados dentro de uma mesma pesquisa. Segundo, pequenas mudanças no rearranjo geométrico e o modo de aplicação da carga, na qual inevitavelmente varia entre diferentes pesquisadores quando não há técnicas padronizadas, contribuiriam para a variação de dados entre estes diferentes pesquisadores. Idealmente, o teste de resistência adesiva deveria ser baseado nos resultados de análises de estresse detalhadas de modo que os pesquisadores pudessem interpretar a carga de fratura como uma resistência local verdadeira. No estudo de van Noort et al.⁶⁷, uma observação freqüente nos espécimes testados por cisalhamento foi a presença de meia-lua de cimento na superfície da resina e no caso do teste de tração, os cimentos resinoso geralmente ficavam aderidos na periferia. Esses padrões de fratura podem ter acontecido pela concentração de estresse levando a uma propagação de fratura durante o procedimento do teste. Ressaltaram, ainda, que para evitar efeitos que possam ocorrer pela sobrextensão (*flash*) do material adesivo sobre a superfície tratada, a área

adesiva deve ser limitada. É desejável que o excesso de material para além das bordas da dentina tratada seja o menor possível. A análise de elementos finitos mostrou que pequenas extensões de material adesivo poderão causar uma concentração de estresse na periferia do material adesivo durante a execução dos testes. Por essa razão, durante a obtenção dos corpos-de-prova desta pesquisa, optamos por remover 0,5 mm durante o corte da fatia e do palito para remover eventual excesso de cimento que poderia influenciar na resistência adesiva.

De acordo com Della Bona et al.¹³ para realmente ser analisada a qualidade da união adesiva, os testes de microtração associado à análise microscópica das superfícies fraturadas poderiam produzir uma descrição consistente e completa dos processos de fratura e modos de falhas. O modo de falha e as análises fractográficas poderiam fornecer informações importantes levando a predições de limite de desempenho clínico.

Alguns fatores são apontados como potencialmente significantes na influência da resistência de união: viscosidade da agente adesivo, rugosidade da superfície do substrato, envelhecimento do substrato resinoso, concentrações e tipos de partículas, bolhas, e formulações de resina^{15 e 44}. A concentração e disponibilidade de grupos metacrilatos não reagidos no substrato resinoso e a viscosidade de, ambos, agente adesivo e resina de reparo, são considerados importantes fatores na formação de uniões químicas interfaciais^{6 e 65}. A concentração de grupos metacrilatos não reagidos e a viscosidade da resina aumentam assim como a concentração de monômeros aromáticos também aumenta^{45 e 65}. Tipos de monômeros e concentrações variam de marcas comerciais, gerando dessa forma diferenças em sua capacidade de formar novas uniões covalentes com a resina de composição semelhante.

Podemos observar em muitos estudos^{4,5,9,17,26,27,36,51,55,62,63 e 64}, que a grande maioria preconiza o polimento da superfície das resinas compostas com lixas d'água. Segundo Bouschlicher et al.⁵, as resinas laboratoriais possuem uma superfície altamente polimerizada (alto grau de conversão de monômeros) não remanescendo a camada de inibição ou radicais livres não reagidos disponíveis para união ao cimento resinoso. Acreditamos que este fato pode estar associado com os menores valores de resistência de união obtidos nessas pesquisas, uma vez que a camada de inibição, que contém monômeros residuais livres para reagirem com monômeros dos agentes resinosos, é removida ou diminuída. Além disso, o calor gerado pelo atrito da lixa na superfície da resina contribui para um aumento no grau de conversão da resina diminuindo ainda mais os monômeros livres.

Segundo Özcan³⁸ a durabilidade dos valores de resistência adesiva sob estresse do meio oral é importante para a previsibilidade dos materiais dentários. Geralmente, esses materiais estão sujeitos à variações mecânicas, térmicas e químicas na boca durante as funções orais. A termociclagem e o armazenamento em água *in vitro* é um modo comum de testar a estabilidade dos materiais dentários e suas conveniências em uso *in vivo*. Söderholm e Roberts⁵² observaram uma tendência para perda de resistência das resinas com o tempo de estocagem em água e degradação hidrolítica. A termociclagem produziu uma diminuição na resistência adesiva em reparos⁴⁷. A mudança de temperatura cria um estresse na interface de dois materiais devido à diferença no coeficiente de expansão térmica. A maioria dos estudos com reparos envolvem diferentes tempos de termociclagem, mas há um consenso de que a termociclagem diminui a resistência adesiva enfraquecendo a estrutura da resina³⁸. A relevância de estudos na qual a termociclagem foi aplicada por um curto período de tempo

deveria ser questionada. A principal razão disso poderia ser atribuída aos vários tempos de termociclagem nos experimentos³⁸. Segundo Kallio et al.²¹ a variação dos coeficientes de expansão térmica das materiais e especialmente dos adesivos poderia ser um fator responsável pela perda resultante da resistência adesiva após ciclagem térmica. Os autores concluíram que os adesivos não são necessariamente utilizados em resinas compostas de baixa viscosidade, contudo, alguns produtos claramente são beneficiados pelo uso deles.

Apesar da termociclagem, os resultados obtidos neste estudo demonstraram uma alta resistência adesiva, embora a resistência de união necessária para retenção e selamento marginal em longo prazo das restaurações em resina composta indireta ainda não tenha sido determinada⁵⁷.

Foi observado por Kupiec e Barkmeier²⁶, que os maiores valores de resistência adesiva estão relacionados à falhas coesivas. Os espécimes resina/resina foram usados para evitar adesão à estrutura dentária, que poderia interferir com os valores de microtração adesiva, devido à variabilidade regional da dentina⁴².

Segundo Della Bona et al.¹², a área adesiva consiste em: região da interface entre cimento resinoso e resina composta na qual há uma interação molecular e união química, e, cimento resinoso e interface cerâmica. Da mesma forma consideramos área adesiva aquela em que há a presença do cimento resinoso entre duas interfaces, no caso desta pesquisa, de uma resina composta de uso indireto e outra de resina composta direta.

No estudo de revisão de literatura realizado por Blatz et al.⁴ os autores comentaram a respeito da composição de cimentos resinosos. Geralmente os cimentos resinosos são à base de Bis-GMA, TEGDMA e

UDMA e seu modo de ativação pode ser autopolimerizável (químico), fotopolimerizável ou a mistura de ambas as polimerizações denominada de dual (polimerização tanto foto como química). Os cimentos de cura dual oferecem um bom tempo de trabalho e polimerização controlada embora a ativação química garanta um alto grau de conversão de polimerização. Os cimentos resinosos com reduzida quantidade de partículas inorgânicas oferecem uma melhora na viscosidade, aumento na molhabilidade, e ótimo posicionamento da restauração no momento da cimentação. Contudo, os cimentos com alto teor de carga revelaram maiores valores de resistência adesiva do que os cimentos sem carga, e os compósitos híbridos produziram melhores resultados do que os microparticulados. Os cimentos com alto teor de carga, como o utilizados nesta pesquisa, podem melhorar a resistência à abrasão na área marginal e reduzir a tensão formada durante a contração de polimerização e facilitam a remoção do excesso de cimento.

A grande porcentagem de falhas coesivas obtidas neste estudo 61,49%, corroboram com os estudos de Bouschlicher et al.⁵, na qual obteve grande proporção de falhas coesivas em relação às falhas adesivas. Por outro lado, estes achados contrariam os estudos de Hummel et al.¹⁹, Latta e Barkmeier²⁷, Swift et al.⁵⁷ e Trajtenberg e Powers⁶³, por observarem grande porcentagem de falhas do tipo adesivas nos grupos cujas resinas compostas foram tratadas com ácido fluorídrico, na qual atribui a isto o fato deste tratamento de superfície não produzir rugosidade suficiente para criar retenção micromecânica.

A não-padronização da classificação das falhas por alguns autores torna a comparação entre as pesquisas um pouco difícil. Diferentemente da classificação preconizada em nosso estudo, Bouschlicher et al.⁵ consideraram falha adesiva aquela cuja fratura ocorre na interface ou

no cimento. Nós entendemos que fratura em cimento é considerada falha coesiva.

Segundo Boushclicher et al.⁵, em estudo comparativo de métodos de tratamento de superfície, com o uso ou não de agentes adesivos, na união de cimentos resinosos em certas resinas laboratoriais ao cisalhamento, relataram que as altas porcentagens de falhas coesivas ou fraturas de substrato parecem estar associadas aos altos valores de resistência ao cisalhamento enquanto as falhas adesivas parecem mais associadas a baixos valores de resistência

Por meio dos resultados obtidos nesta pesquisa, nota-se que, os valores de resistência adesiva apresentaram valores de resistência à microtração considerados crescentes quando o tempo de ação do HF é aumentado, havendo diferença estatisticamente significativa entre o grupo 5 e o grupo controle negativo (G1). Contudo, as fotomicrografias obtidas com MEV a 500x e 2000x de aumento revelam uma superfície completamente diferente dos grupos experimentais em relação ao grupo controle negativo. Enquanto este último apresenta uma superfície mais lisa, os demais grupos experimentais revelam uma superfície cada vez mais rugosa à medida que o tempo de ação do HF aumenta. No grupo 5 (HF 180 s), nota-se uma topografia bem mais rugosa, porém com a presença de crateras muito profundas. Talvez, esta característica possa contra-indicar a utilização do HF por 180 s sobre a superfície da RCI, caso o silano, o agente adesivo e conseqüentemente o cimento resinoso não preencham esse espaço. Conseqüentemente, existiria a presença de uma falha não preenchida que poderia levar a restauração à fratura quando submetida aos esforços mastigatórios. Porém, para certificar este fato, seria necessário mais estudos a respeito da profundidade de ação do HF sobre a RCI. A microscopia de força atômica seria de grande ajuda.

Uma análise mais detalhada dos espectros obtidos por Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios-X (XPS) revela uma diminuição da porcentagem de ligações de carbono (C-C, C-H, C-O, C-N, C=O, O-C=O) e da porcentagem de Si à medida que o tempo de ação do ácido atinge 120 s, após este período, foi observado que, novamente, a porcentagem dos grupos funcionais voltou a aumentar. Apesar desta observação, esta diminuição ou aumento da porcentagem dos grupos funcionais não seguem um padrão. Uma hipótese que poderia explicar esse fenômeno seria a ablação química do HF causando um efeito de “*peeling*” sobre a superfície da RCI. O HF agiria na superfície dissolvendo e/ou expondo as partículas de sílica e atacando a matriz orgânica. Por isso, os valores de porcentagem dos grupos funcionais, apesar de diminuir com o tempo de ação do ácido, não foram tão diferentes quando se comparam os grupos experimentais (G2, G3 e G4) ao grupo controle negativo. Esse fato poderia refletir também nos valores das médias de resistência de união destes grupos, que apesar de serem maiores quando mais tempo o ácido age sobre a superfície, não há diferença estatisticamente significativa entre eles.

O XPS associado à análise topográfica da RCI em MEV permitiram duas hipóteses: a) quanto maior o tempo de ação do HF, maior a porcentagem de ligações de carbono que são removidas e maior a rugosidade da superfície. Porém, as camadas subsuperficiais são expostas com uma distribuição de sílica e matéria orgânica semelhantes à superfície previamente atacada pelo ácido. Por isso, os valores de resistência adesiva são praticamente os mesmos; b) a diminuição de C=O e O-C=O poderia ser explicada pela formação de outro componente, como por exemplo, C-OH. Essa hidroxila na superfície da RCI poderia ser um componente sinergista na união entre os materiais resinosos por meio de ligações de hidrogênio.

Essa diminuição ou transformação de grupos funcionais é mais marcante quando o HF age por 120 s na superfície da RCI.

Mais estudos são necessários para a compreensão dos fenômenos envolvidos no processo de adesão química dos materiais resinosos. Esta pesquisa pode ser considerada uma ponta do “iceberg” para desvendar as razões pelas quais existem tantas controvérsias na literatura a respeito do uso do HF sobre a superfície de RCI.

Acreditamos que no tratamento da superfície de resina composta indireta com ácido fluorídrico, o uso de agente silano, sistema adesivos eficientes e cimentos resinosos, possam ser uma alternativa viável para clínicos e protesistas, desde que o profissional conheça a exata composição do material que está sendo indicado para o paciente. Com este estudo, inferimos que a matriz orgânica, por meio de sua cadeia polimérica, possa contribuir para a união aos monômeros do adesivo, às custas do silano, promovendo uma interação molecular entre a resina composta indireta e cimento resinoso. Portanto, mais pesquisas a respeito dessa união devem ser realizadas, principalmente no que diz respeito ao estudo da composição química e estrutural da superfície da matriz orgânica da resina após o condicionamento com HF.

A simples comparação entre as pesquisas é complexa, pois existem variáveis que podem influenciar nos valores de resistência adesiva: números de ciclos de termociclagem, tempo de imersão em cada banho, tipos de testes utilizados (cisalhamento, microtração), marcas comerciais diferentes (resinas compostas, silano, agentes adesivos), distribuição, tamanho e tipo de partículas na matriz resinosa, aplicação ou não de adesivo ou silano, concentração e tempo de ação do ácido fluorídrico, distância, pressão e tempo do jateamento com óxido de alumínio ou da silicatização, tamanho das partículas. Além disso, mesmo em testes de

ensaio semelhantes, podem existir variáveis como a carga aplicada e a velocidade de ensaio.

Mesmo que exista futuramente uma padronização dos testes, ou dos ciclos da termociclagem, os protocolos de cimentação das restaurações indiretas continuarão diferentes entre si, pois para cada marca comercial haverá uma recomendação diferente de cada fabricante.

Diante desta situação, em que praticamente é impossível comparar os valores de resistência de união entre as pesquisas, conjecturamos o estabelecimento um valor mínimo necessário para uma boa resistência de união entre restaurações indiretas e cimento resinoso, salvaguardando, deste modo, a integridade marginal, garantindo o sucesso clínico da restauração em longo prazo. E, indo além, associação do teste de microtração e análise das fraturas em microscopia eletrônica de varredura, poderiam produzir uma descrição completa dos modos de falhas¹³.

O tratamento da superfície interna da restauração se faz necessária uma vez que a mesma é realizada e manipulada em laboratório, devendo sua superfície ser tratada no consultório antes da cimentação. Os maiores valores médios de resistência adesiva são encontrados no grupo 5. De acordo com os resultados de nossa pesquisa sugerimos a utilização de HF a 180 s para cimentação adesiva de restaurações de *inlay/onlay/overlay* de RCI confeccionada com Vita VMLC.

7 CONCLUSÃO

Baseando-se nos resultados obtidos e nas limitações deste estudo conclui-se que o tratamento de superfície, com ácido hidrofluorídrico (gel 10%) da resina composta indireta VitaVMC, por 180 segundos produziu os maiores valores de resistência à microtração a um cimento resinoso após termociclagem.

8 REFERÊNCIAS*

- 1 Andreatta Filho OD, Nishioka RS, Almeida EES. Construção de um torno mecânico para realizar preparos dentais padronizados. *Pesqui Odontol Bras.* 2000; 14(supl.):17.
- 2 Baratieri LN, Monteiro Junior S, Andrada MAC, Vieira LCC, Ritter AV, Cardoso AC, et al. *Odontologia Restauradora – Fundamentos e possibilidades.* São Paulo: Editora Santos; 2003. Cap.13, p.528-31.
- 3 Bianchi J. Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de preensão e formato do corpo-de-prova [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia de São Paulo, Universidade de São Paulo; 1999.
- 4 Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literatue. *J Prosthet Dent.* 2003 Mar.; 89 (3):268-74.
- 5 Bouschlicher Mr, Cobb DS, Vargas, MA. Effect of two abrasive systems on resin bonding to laboratory processed indirect resin composite restorations. *J Esthet Dent.* 1999; 11(4):185-196.

* Baseado em:

Internacional Comité of Medical Journal Editors. Bibliographic Services Division. Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals: simple referentes [homepage na Internet]. Bethesda: US Nacional Library; c2003 [disponibilidade em 2006 fev; citado em 20 mar.]. Disponível em : http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

- 6 Boyer DB, Chan KC, Reinhardt JW. Build-up and repair of light-cured composites: bond strength. J Dent Res. 1984 Oct.; 63(10):1241-4.
- 7 Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blutstein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. J Prosthet Dent. 1997 Feb.; 77(2):122-6.
- 8 Campos L, Telles M, Galhano GA, Camargo, FP, Valandro LF, Mallmann A. Efeito do tempo de condicionamento da superfície cerâmica sobre a resistência adesiva entre uma cerâmica de fluorapatita e um cimento resinoso. Cienc Odontol Bras. 2005 jul./set.; 8 (3): 71-6.
- 9 Cesar PF, Faara PMM, Caldart RM, Jaeger RG, Ribeiro FC. Tensile bond strength of composite repairs on Artglass using different surface treatments. Am J Dent. 2001 Dec.; 14(6):373-7.2001
- 10 Chalifoux PR. Treatment considerations for posterior laboratory-fabricated composite resin restorations. Pratical Periodontics & Aesthetic Dentistry. 1988; 10:969-78.
- 11 Chieffi N, Chersoni S, Papacchini F, Vano M, Goracci C, Davidson CL, et al. The effect of application sustained seating pressure on adhesive luting procedure. Dent Mater. 2007; 23(2):159-64.

- 12 Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent. 2000; 2:305-13.
- 13 Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent Mater. 2003; 19:693-9.
- 14 DicDickerson WG. Indirect resin restoration-a proper technique to ensure success. Compendium. 1993 Feb; 14(2):216, 218, 220.
- 15 Gregory WA, Pounder B, Bakus E. Bond strengths of chemically dissimilar repaired composite resins. J Prosthet Dent. 1990 Dec.; 64(6):664-8.
- 16 Hauptmann R, Mandarino F. Eficácia da silanização na retenção das restaurações indiretas de resina composta e porcelana. Odonto 2000. 1998 jul./dez.; 2(2): 14-7.
- 17 Hisamatsu N, Atsuta M, Matsumura H. Effect of silane primers and unfilled resin bonding agents on repair bond strength of a prosthodontic microfilled composite. J Oral Rehabil. 2002; 29:644-8.
- 18 Hooshmand T, Van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. Dent Mater. 2002; 18:179-88.

- 19 Hummel SK, Marker V, Pace L, Goldfogle M. Surface treatment of indirect coposite surfaces before cementation. J Prosthet Dent. 1997 June; 77(6):568-72.
- 20 Instruções de uso: Veneering material Vita VMLC – resina composta fotopolimerizável de micropartículas para restaurações fixas e removíveis. Bad Säckingen: Alemanha, 2001.
- 21 Kallio TT, Lastumäki TM, Vallittu PK. Bonding of restorative and veneering composite resin to some polymeric composites. Dent Mater. 2001; 17:80-6.
- 22 Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. J Prosthet Dent. 1995 Mar; 73 (3): 240-9.
- 23 Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Harada N, Inokoshi S, Yamada T, Takatsu T. Shear and tensile bond strength testing for resin cement evaluation. Dent Mater. 1995 Sept.;11: 298-304.
- 24 Kula K, Nelson S, Kula T, Thompson V. In vitro effect of acidulated phosphate fluoride gel on the surface of composite with different filler particles. J Prosth Dent. 1986; 56:161-9.
- 25 Kula K, Nelson S, Thompson V. In vitro effect of APF gel on three composite resins. J Dent Res. 1983 July; 62(7):846-9.

- 26 Kupiec KA, Barkmeier WW. Laboratory evaluation of surface treatments for composite repair. *Oper Dent*. 1996; 21:59-62.
- 27 Latta MA, Barkmeier WW. Bond strenght of a resin cement to a cured composite inlay material. *J Prosth Dent*. 1994 Aug.; 72:189-93.
- 28 Leinfelder KF. New developments in resin restorative systems. *J Am Dent Ass*. 1997; 128:573-81.
- 29 Li J. Effects of surface properties on bond strength between layers of newly cured dental composites. *J Oral Rehabil*. 1997; 24: 358-60.
- 30 Lin CT, Lee SY, Keh ES, Dong DR, Huang HM, Shih, YH. Influence of silanization and filler fraction on aged dental composites. *J Oral Rehabil*. 2000; 27:919-26.
- 31 Lucena-Martín C, González-López S, Mondelo JMNR. The effect of various surface treatments and bonding agentes on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prothet Dent*. 2001 Nov.; 86(5):481-8.
- 32 Matsumura H, Kato H, Atsuta M. Shear bond strength to feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three surface treatments. *J Prosthet Dent*. 1997 Nov.; 78 (5):511-7.
- 33 Nascente, PAP. Materials characterization by X-ray photoelectron spectroscopy. *J Molec Catalysis A: Chemical*. 2004;228:145-150.

- 34 Özcan M. Evaluation of alternative intra-oral repair techniques for fractured ceramic-fused-to-metal restorations. *J Oral Rehabil.* 2003; 30:194-203.
- 35 Özcan M, Akkaya A. New approach to bonding all-ceramic adhesive fixed partial dentures: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2002 Sept.; 88(3): 252-4.
- 36 Özcan M, Alander P, Vallittu PK, Huysmans MC, Kalk W. Effect of three surface conditioning methods to improve bond strength of particulate filler resin composites. *Mater Sci Mater Medi.* 2005; 16:21-7.
- 37 Özcan M, Alkumru HN, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont.* 2001; 14(4):335-9.
- 38 Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19:725-31.
- 39 Öztas N, Alaçam A, Bardakey Y. The effect of air abrasion with two bonding agents on composite repair. *Oper Dent.* 2003; 28(2): 149-54.
- 40 Paffenbarger GC, Swenney WT, Bowen RL. Bonding porcelain teeth to acrylic resin denture bases. *J Am Dent Assoc.* 1967; 74:753-4.

- 41 Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. Tay F. The Microtensile bond test : a review. *J Adhes Dent.* 1999; 1 (4):299-309.
- 42 Pashley DH, Sano H, Ciucchi R, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater.* 1995 Mar.; 11:117-25.
- 43 Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater.* 1998 June; 14:212-21.
- 44 Puckett AD, Holder R, O'Hara JW. Strength of posterior composite repairs using different composite/bonding agent combinations. *Oper Dent.* 1991; 16:136-40.
- 45 Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand.* 1977; 36:75-82.
- 46 Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface área for adhesion and tensile bond strength: evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 July; 10:236-340.
- 47 Saunders WP. Effect of fatigue upon the interfacial bond strength of repaired composite resins. *J Dent Res.* 1990; 18 (3): 158-62

- 47 Shadhad AS, Kennedy JG. Bond strength of repaired anterior composite resins: an in vitro study. *J Dent.* 1998; 26:685-94.
- 49 Shono Y et al. Durability of resin dentin bonds. *J Adhes Dent.* 1999; 1: 211-218.
- 50 Shortall AC, Baylis RL, Wilson HJ. Composite inlay/luting resin bond strength-surface treatment effects. *J Dent.* 1996; 24(1-2):129-35.
- 51 Soares CJ, Giannini M, Oliveira MT, Paulillo LAMS, Martins LRM. Effect of surface treatments of laboratory-fabricated composites on the microtensile bond strength to a luting resin cement. *J Appl Oral Sci.* 2004; 12(1): 45-50.
- 52 Söderholm KJ, Roberts MJ. Influence of water exposure on the tensile strength of composites. *J Dent Res.* 1990 Dec.; 69(12):1812-6.
- 53 Söderholm KJ, Roberts MJ. Variables influencing the repair strength of dental composites. *Scand J Dent Res.* 1991; 99(2):173-80.
- 54 Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res.* 1984 Oct.;63(10):1248-54.
- 55 Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent.* 2002 Sept.; 88(3):277-84.

- 56 Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent*. 1999; 1(1):57-67.
- 57 Swift EJ Jr, Brodeur C, Cvitko E, Pires JAF. Treatment of composite surfaces for indirect bonding. *Dent Mater*. 1992 May; 8:193-6.
- 58 Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Comparative evaluation of secondary heat treatment and a high intensity light source for the improvement of proprieties of prosthetic composite. *J Oral Rehabil*. 2000; 27:288-93.
- 59 Tapety CMC, Cefaly DFG, Henostroza Quintanz N, Barata TJE, Francischone CR, et al. Aspectos relevantes na cimentação adesiva de restaurações indiretas sem metal. *J Bras Clin Odontol Int*. 2004; 8(44):185-90.
- 60 Touati B. The evolution of aesthetic materials for inlays and onlays: a review. *Pract Periodont Aesthet Dent*. 1996; 8:657-66.
- 61 Touati B, Aidan N. Second-generation laboratory composite resins for indirect restorations. *J Esthet Dent*. 1997; 9:108-18.
- 62 Trajtenberg CP, Powers JM. Bond strengths of repaired laboratory composites using three surface treatments and three primers. *Am J Dent*. 2004; 17(2):123-26.
- 63 Trajtenberg CP, Powers JM. Effect of hydrofluoridric acid on repair bond strength of a laboratory composite. *Am J Dent*. 2004 June; 17(3):173-6.

- 64 Turner CW, Meiers JC. Repair of an aged, contaminated indirect composite resin with a direct, visible-light-cured composite resin. *Oper Dent.* 1993; 18:187-94.

- 65 Vankerckhoven H, Lambrechts P, Van Beylen M, Davidson CL, Vanherle G. Unreacted methacrylate groups on the surfaces of composite resins. *J Dent Res.* 1982 June; 61(6): 791-5.

- 66 Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent.* 2005 Mar; 93 (3):253-9.

- 67 van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res.* 1991 May; 70 (5):880-93.

- 68 van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent.* 1989; 17(2):61-7.

- 69 Yamaga T, Sato Y, Akagawa Y, Taira M, Wakasa K, Yamaki M. Hess and fracture toughness of four commercial visible light-cured composite resin veneering materials. *J Oral Rehabil.* 1995; 22:857-63.

Apêndice A - Dados originais obtidos após o ensaio de microtração.

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (continuação)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
1	1	1	42,03
1	1	2	48,34
1	1	3	29,89
1	1	4	57,81
1	1	5	41,03
1	1	6	52,49
1	1	7	28,47
1	1	8	30,47
1	1	9	40,82
1	2	1	28,88
1	2	2	37,02
1	2	3	25,74
1	2	4	26,29
1	2	5	28,84
1	2	6	18,13
1	2	7	44,4
1	2	8	26,16
1	2	9	30,87
1	3	1	26,14
1	3	2	27,26
1	3	3	35,64
1	3	4	35,55
1	3	5	30,51
1	3	6	25,56
1	3	7	37,00
1	3	8	29,21
1	3	9	36,85
1	4	1	26,6
1	4	2	32,72
1	4	3	48,93
1	4	4	46,06
1	4	5	44,62
1	4	6	37,98
1	4	7	29,03
1	4	8	49,43
1	4	9	35,66
1	5	1	34,83
1	5	2	59,42

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (continuação)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
1	5	3	53,33
1	5	4	27,56
1	5	5	25,76
1	5	6	26,27
1	5	7	26,38
1	5	8	28,19
1	5	9	49,9
2	1	1	32,73
2	1	2	60,35
2	1	3	29,93
2	1	4	59,6
2	1	5	38,51
2	1	6	40,32
2	1	7	46,14
2	1	8	51,33
2	1	9	57,02
2	2	1	30,83
2	2	2	44,04
2	2	3	48,6
2	2	4	33,13
2	2	5	36,18
2	2	6	33,61
2	2	7	42,51
2	2	8	36,85
2	2	9	54,54
2	3	1	22,62
2	3	2	49,21
2	3	3	28,97
2	3	4	28,12
2	3	5	34,88
2	3	6	25,35
2	3	7	36,73
2	3	8	40,94
2	3	9	19,17
2	4	1	42,84
2	4	2	48,97
2	4	3	29,69
2	4	4	44,41
2	4	5	37,8
2	4	6	50,37

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (continuação)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
2	4	7	38,84
2	4	8	24,83
2	4	9	29,85
2	5	1	54,02
2	5	2	27,68
2	5	3	50,16
2	5	4	48,87
2	5	5	31,86
2	5	6	50,57
2	5	7	62,23
2	5	8	54,67
2	5	9	19,03
3	1	1	40,57
3	1	2	36,83
3	1	3	52,7
3	1	4	34,99
3	1	5	53,57
3	1	6	40,11
3	1	7	37,40
3	1	8	46,66
3	1	9	63,27
3	2	1	34,09
3	2	2	48,27
3	2	3	13,05
3	2	4	47,12
3	2	5	29,81
3	2	6	37,24
3	2	7	42,57
3	2	8	31,64
3	2	9	59,29
3	3	1	30,1
3	3	2	22,43
3	3	3	43,07
3	3	4	50,04
3	3	5	25,91
3	3	6	26,99
3	3	7	47,9
3	3	8	30,61
3	3	9	24,11
3	4	1	50,61

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (continuação)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
3	4	2	51,56
3	4	3	27,03
3	4	4	46,98
3	4	5	48,69
3	4	6	36,87
3	4	7	49,28
3	4	8	51,22
3	4	9	50,71
3	5	1	33,28
3	5	2	42,37
3	5	3	35,17
3	5	4	43,42
3	5	5	32,94
3	5	6	39,85
3	5	7	47,29
3	5	8	50,05
3	5	9	55,51
4	1	1	38,68
4	1	2	49,42
4	1	3	25,24
4	1	4	59,13
4	1	5	50,38
4	1	6	35,93
4	1	7	55,8
4	1	8	38,02
4	1	9	48,04
4	2	1	35,22
4	2	2	28,78
4	2	3	23,5
4	2	4	39,11
4	2	5	46,43
4	2	6	43,31
4	2	7	35,96
4	2	8	36,14
4	2	9	37,66
4	3	1	32,56
4	3	2	48,89
4	3	3	32,29
4	3	4	41,75
4	3	5	29,71

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (continuação)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
4	3	6	45,81
4	3	7	39,62
4	3	8	48,22
4	3	9	37,65
4	4	1	30,58
4	4	2	36,51
4	4	3	41,15
4	4	4	43,03
4	4	5	33,15
4	4	6	45,79
4	4	7	43,27
4	4	8	37,26
4	4	9	49,44
4	5	1	40,24
4	5	2	50,72
4	5	3	28,5
4	5	4	57,2
4	5	5	35,53
4	5	6	50,2
4	5	7	38,14
4	5	8	38,91
4	5	9	44,72
5	1	1	57,28
5	1	2	37,76
5	1	3	27,51
5	1	4	33,61
5	1	5	25,02
5	1	6	16,14
5	1	7	16,99
5	1	8	27,87
5	1	9	48,16
5	2	1	24,33
5	2	2	41,00
5	2	3	28,13
5	2	4	56,45
5	2	5	19,19
5	2	6	45,86
5	2	7	40,57
5	2	8	38,00
5	2	9	40,75

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (continuação)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
5	3	1	62,64
5	3	2	48,76
5	3	3	17,95
5	3	4	38,46
5	3	5	40,46
5	3	6	25,62
5	3	7	69,01
5	3	8	50,19
5	3	9	57,11
5	4	1	53,27
5	4	2	53,36
5	4	3	38,65
5	4	4	49,65
5	4	5	45,38
5	4	6	45,58
5	4	7	50,74
5	4	8	58,29
5	4	9	51,55
5	5	1	44,98
5	5	2	54,59
5	5	3	28,37
5	5	4	63,65
5	5	5	40,63
5	5	6	41,09
5	5	7	24,18
5	5	8	52,3
5	5	9	52,65
6	1	1	46,74
6	1	2	45,14
6	1	3	34,7
6	1	4	43,24
6	1	5	60,58
6	1	6	42,33
6	1	7	43,96
6	1	8	62,41
6	1	9	37,92
6	2	1	56,6
6	2	2	44,62
6	2	3	22,89
6	2	4	52,88

Tabela 8- Valores individuais de cada amostra (MPa) (conclusão)

Grupos	Blocos	Repetições	Dados (MPa)
6	2	5	58,25
6	2	6	41,66
6	2	7	64,16
6	2	8	23,54
6	2	9	66,2
6	3	1	38,66
6	3	2	24,75
6	3	3	31,85
6	3	4	50,21
6	3	5	48,3
6	3	6	29,94
6	3	7	26,65
6	3	8	46,01
6	3	9	45,8
6	4	1	58,92
6	4	2	37,84
6	4	3	54,25
6	4	4	66,15
6	4	5	62,3
6	4	6	39,66
6	4	7	60,1
6	4	8	60,71
6	4	9	53,21
6	5	1	51,83
6	5	2	46,87
6	5	3	58,16
6	5	4	54,69
6	5	5	39,85
6	5	6	49,28
6	5	7	56,59
6	5	8	33,38
6	5	9	58,14

Apêndice B – Espectros de XPS obtidos após tratamento de superfície.

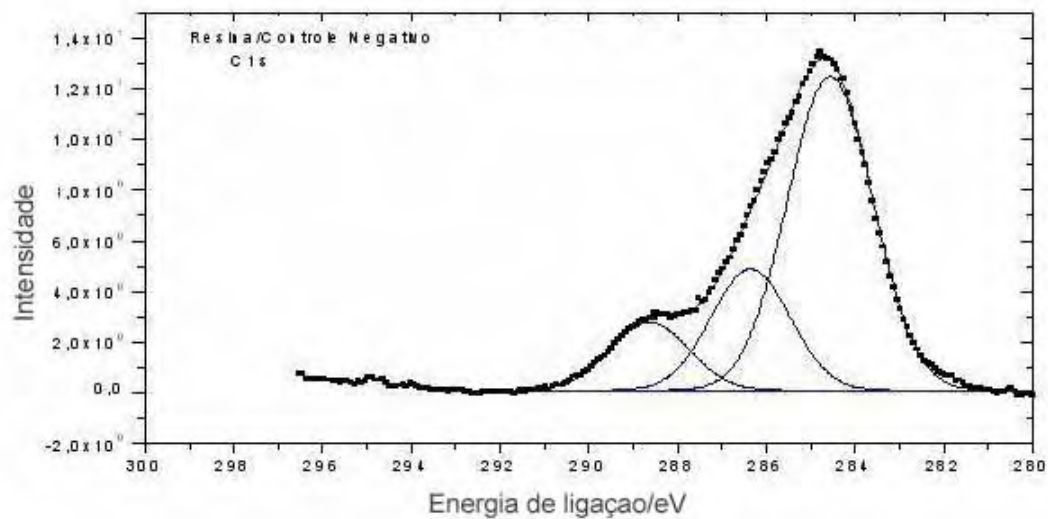


FIGURA 30- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo1.

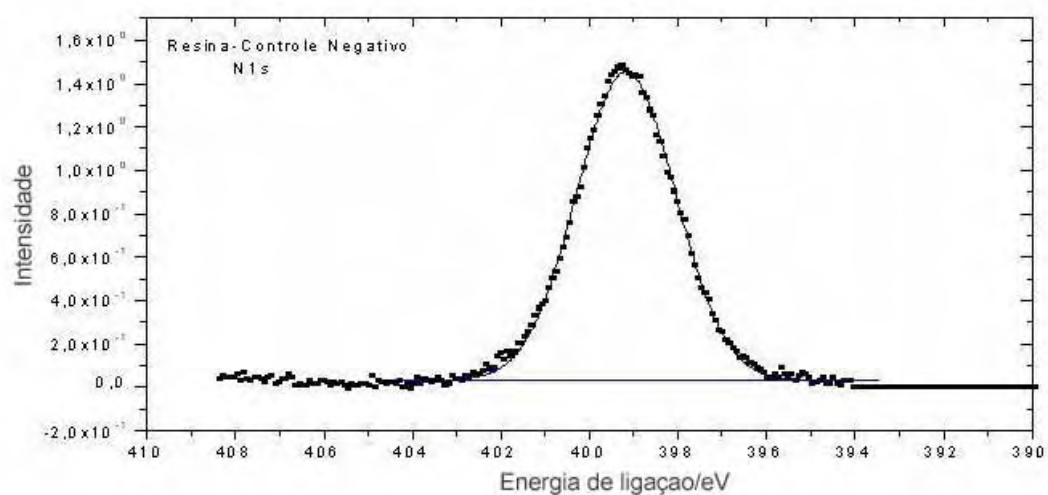


FIGURA 31- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 1.

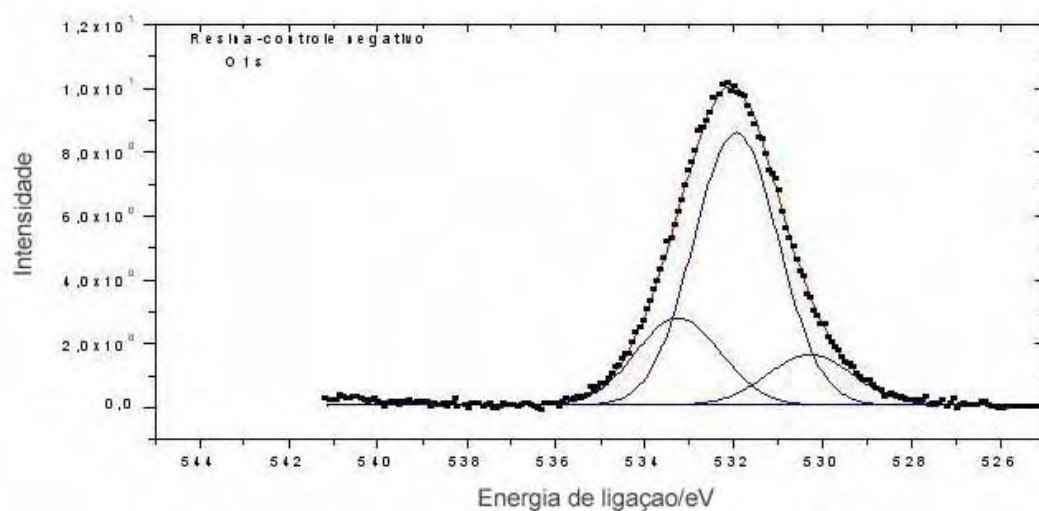


FIGURA 32- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 1.

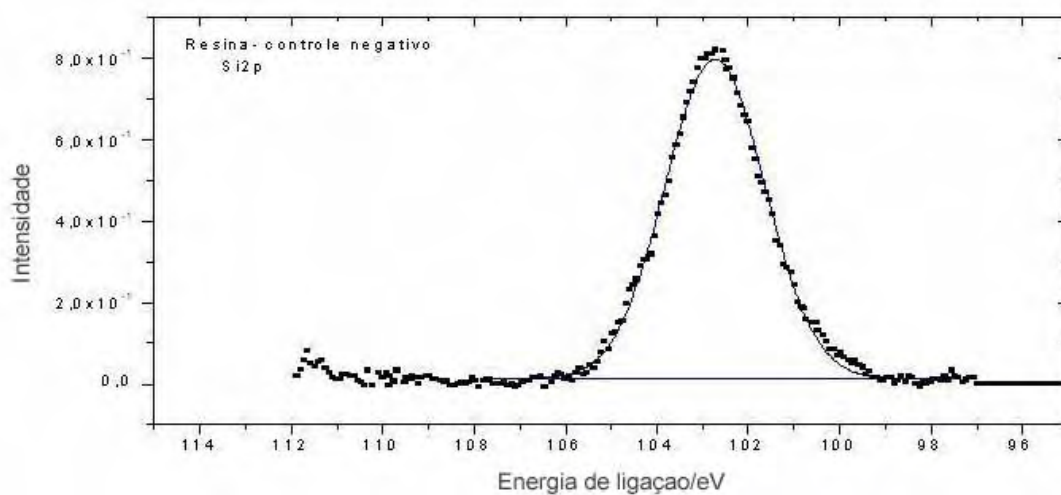


FIGURA 33- Espectro de XPS do Si 2p da amostra do grupo 1.

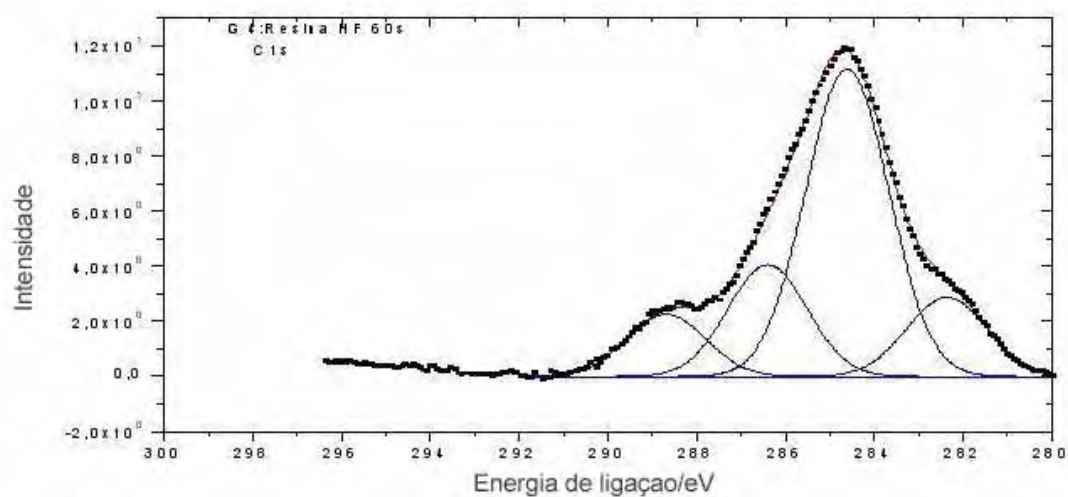


FIGURA 34- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 2.

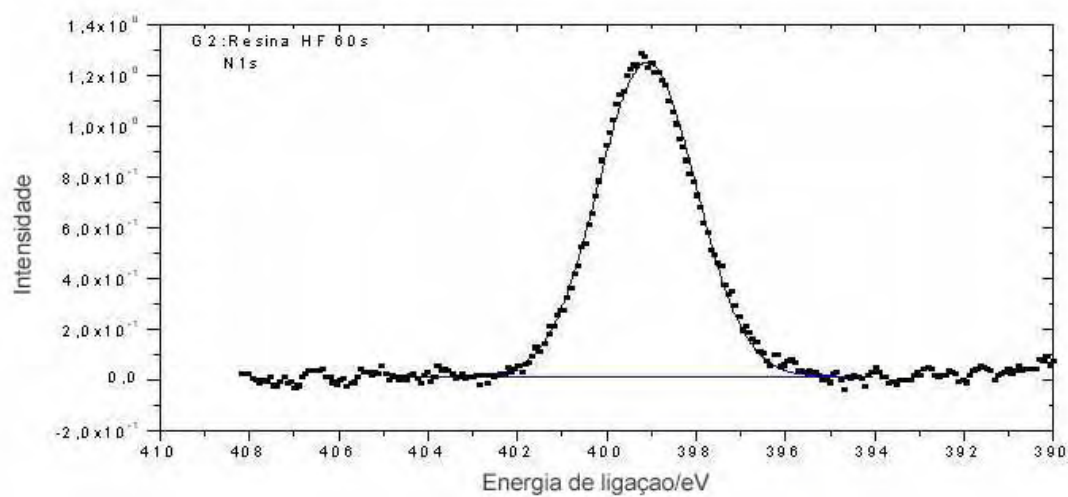


FIGURA 35- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 2.

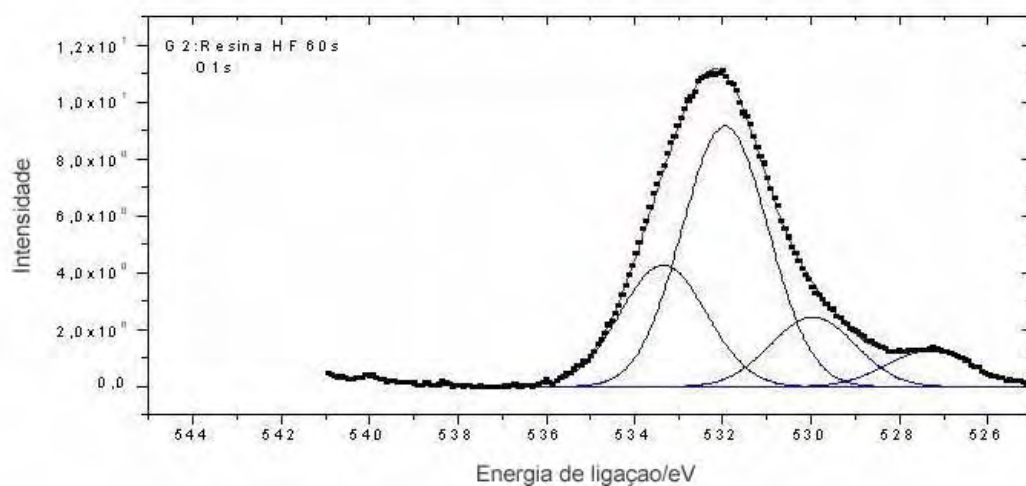


FIGURA 36- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 2.

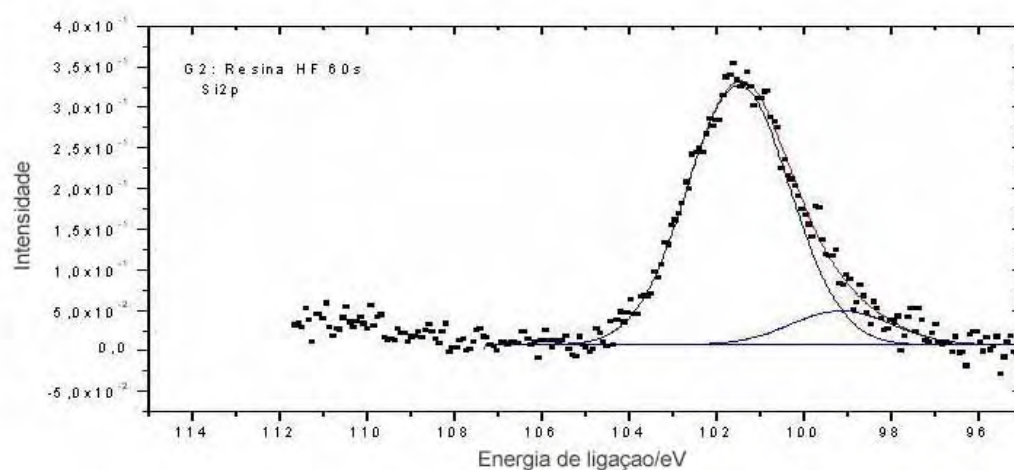


FIGURA 37- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 2.

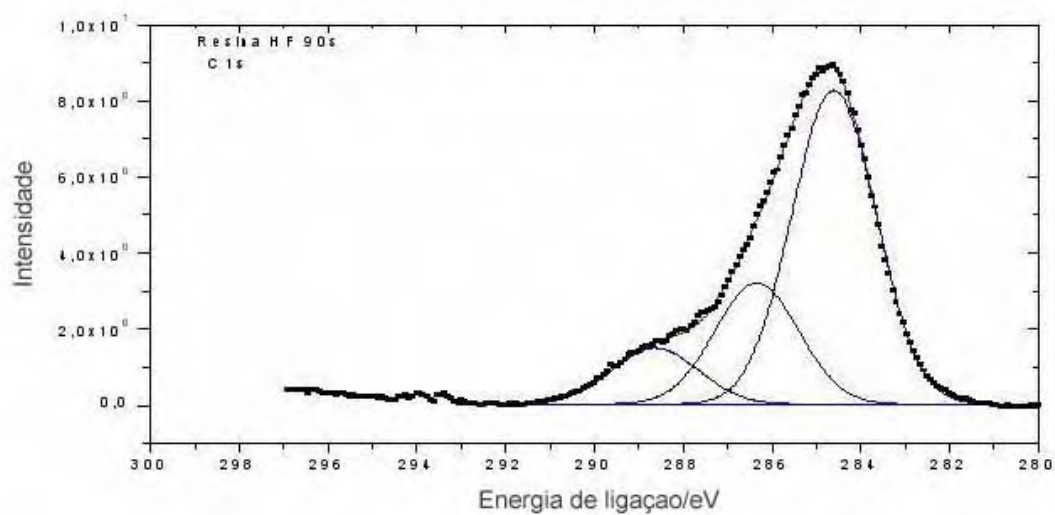


FIGURA 38- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 3.

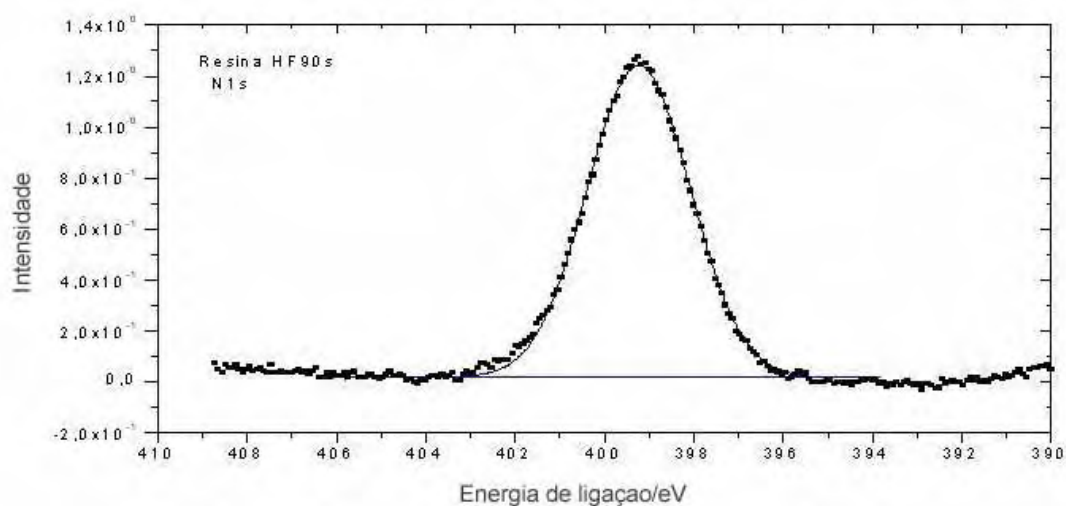


FIGURA 39- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 3.

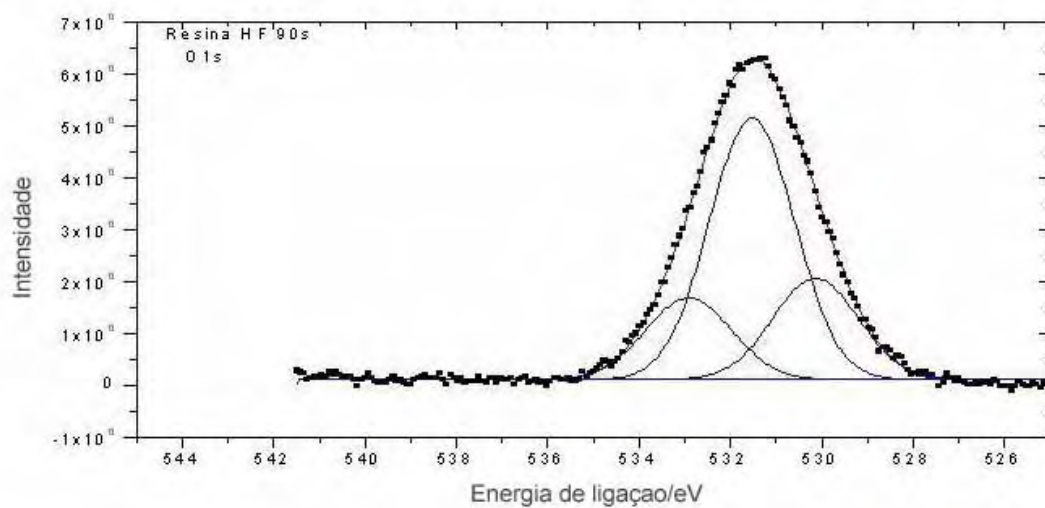


FIGURA 40- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 3.

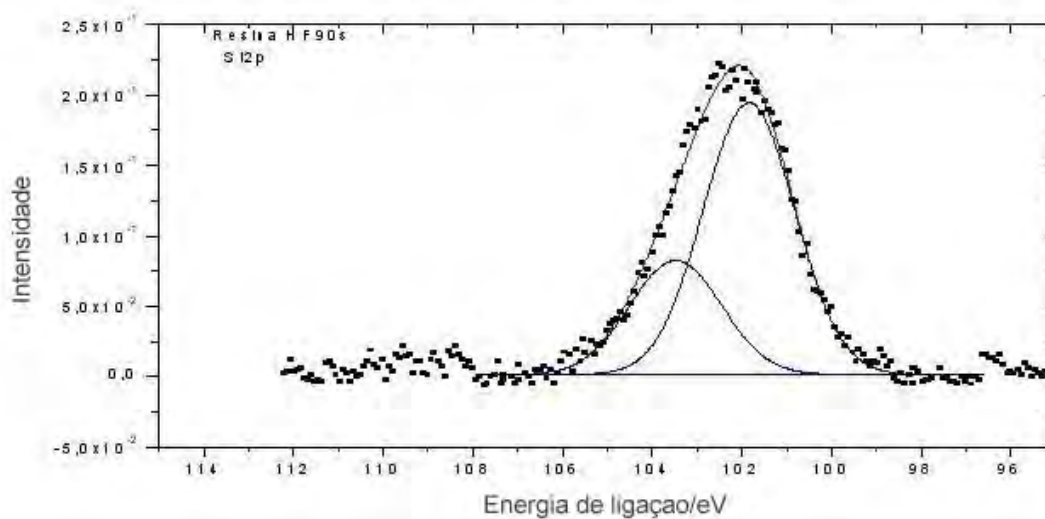


FIGURA 41- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 3.

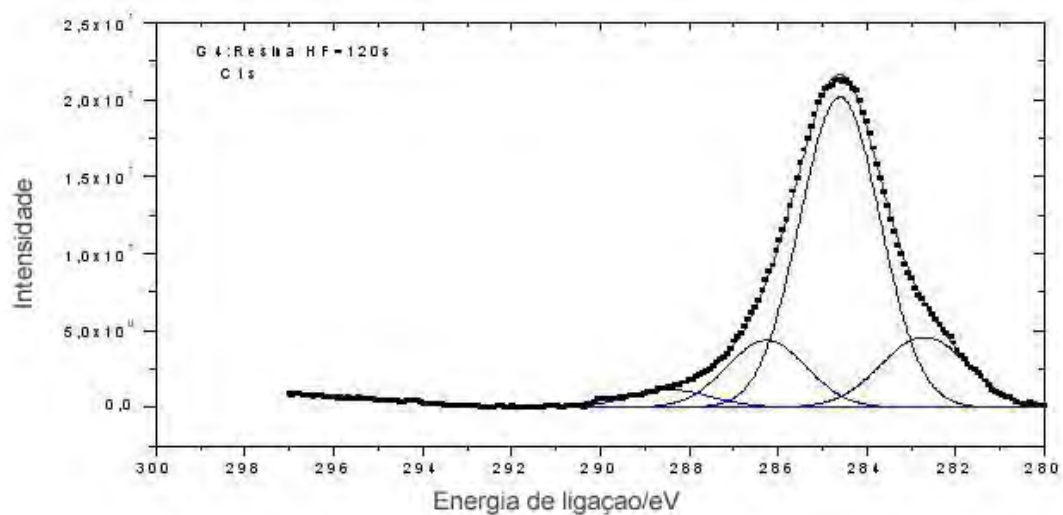


FIGURA 42- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 4.

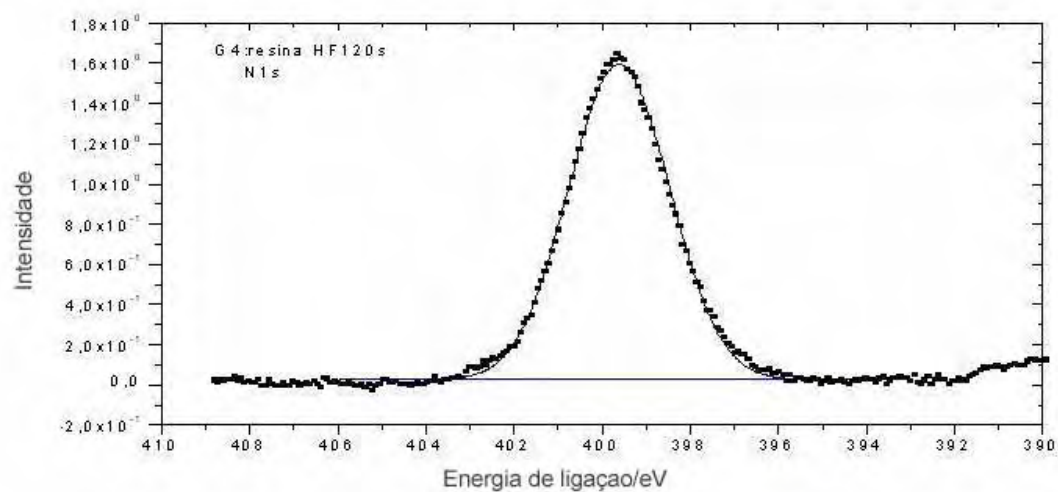


FIGURA 43- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 4.

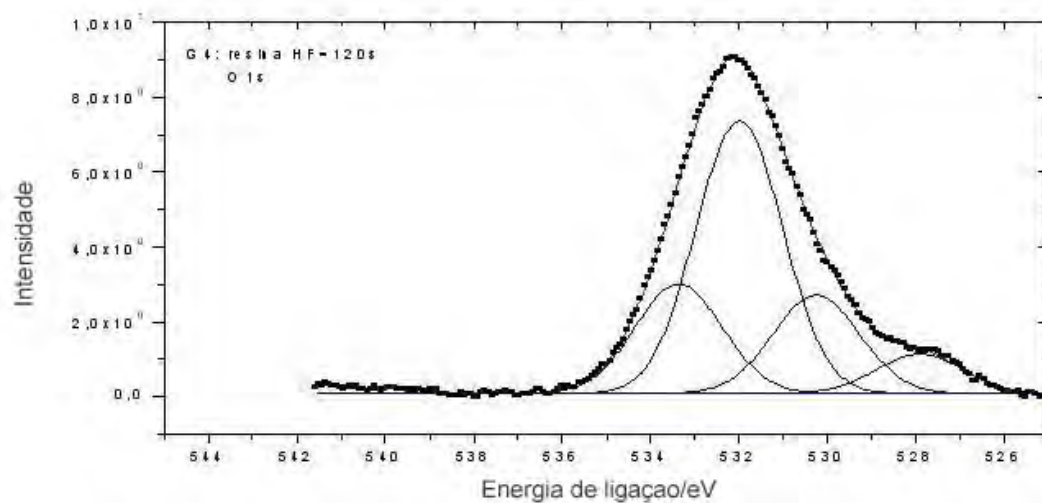


FIGURA 44- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 4.

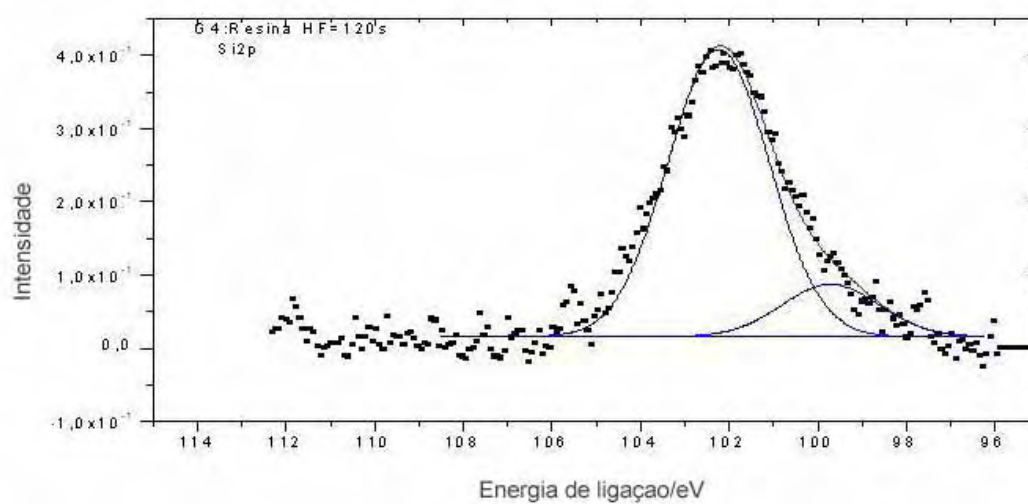


FIGURA 45- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 4.

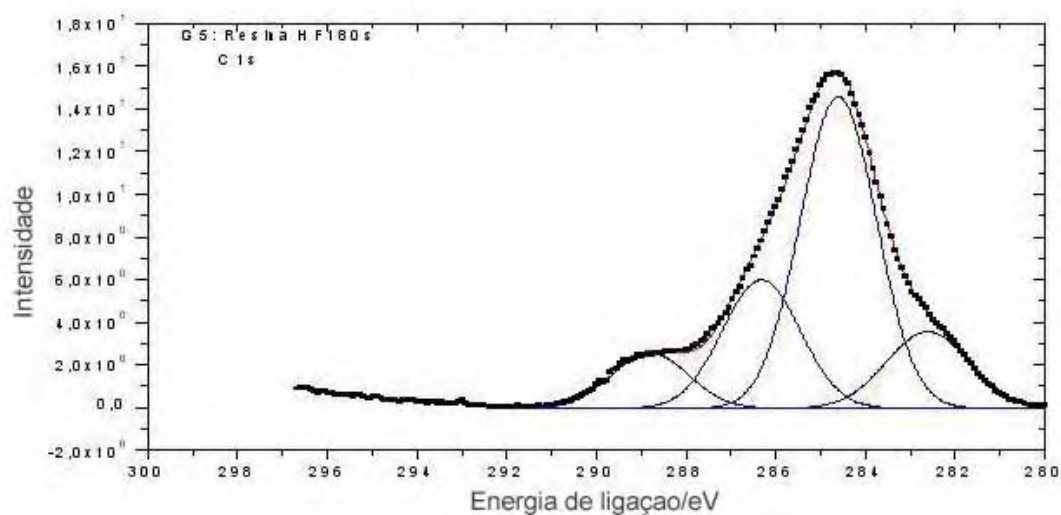


FIGURA 46- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 5.

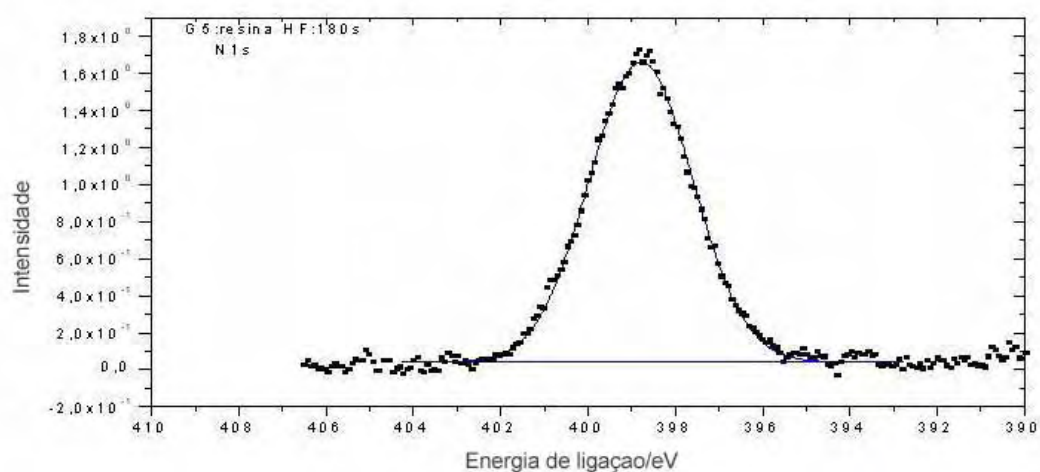


FIGURA 47- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 5.

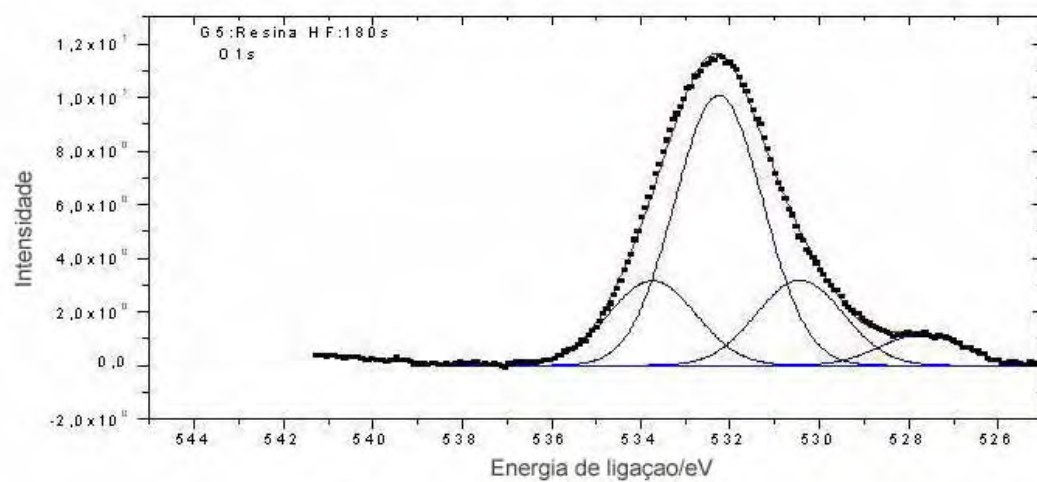


FIGURA 48- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 5.

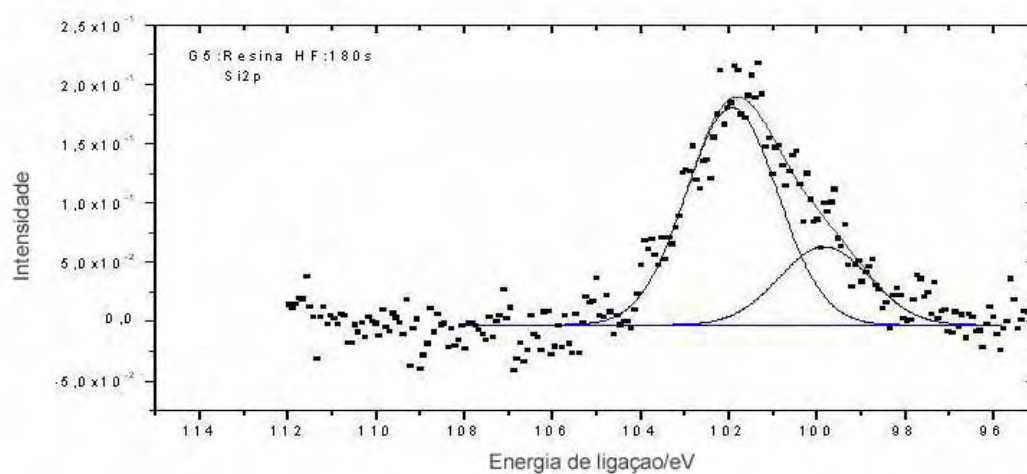


FIGURA 49- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 5.

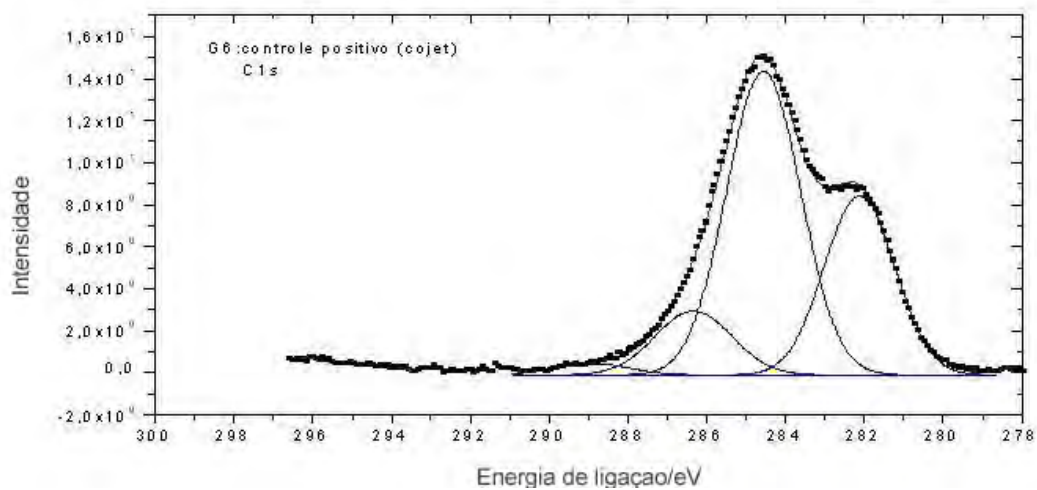


FIGURA 50- Espectro de XPS do C1s da amostra do grupo 6.

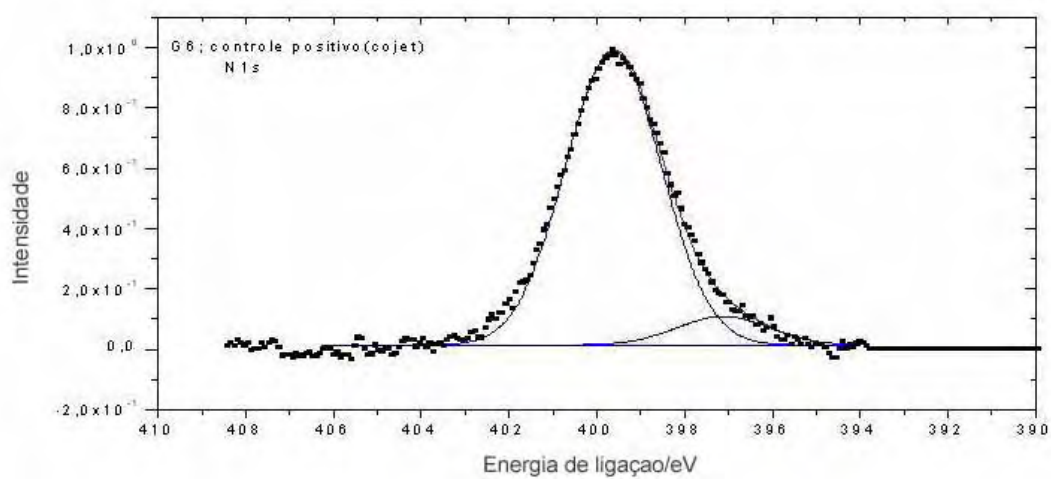


FIGURA 51- Espectro de XPS do N1s da amostra do grupo 6.

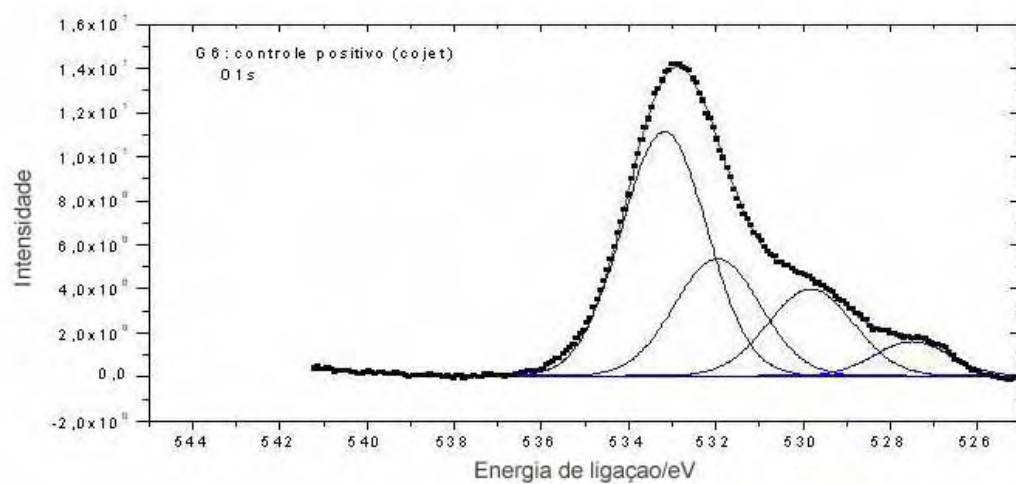


FIGURA 52- Espectro de XPS do O1s da amostra do grupo 6.

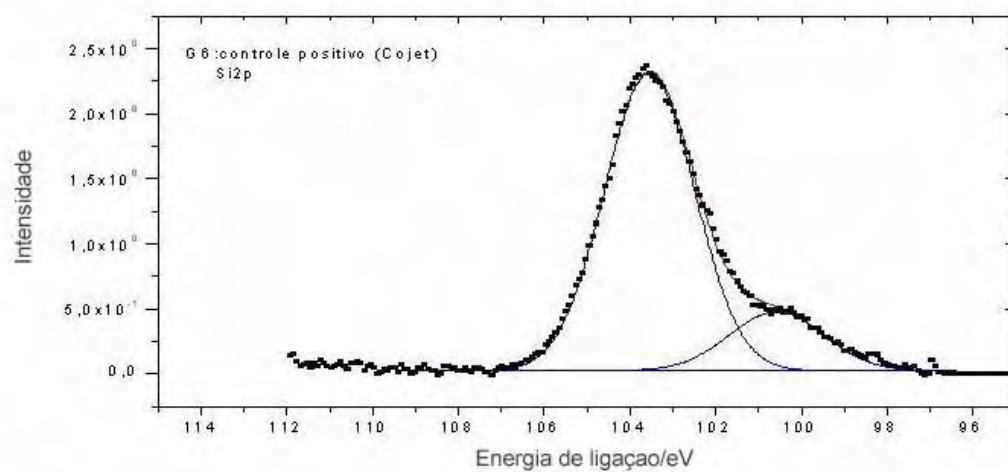


FIGURA 53- Espectro de XPS do Si2p da amostra do grupo 6.

Michida, SMS. Effect of the surface treatment of indirect composite resin on bonding to a resin cement by microtenilse bond strength [dissertation]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos; 2007.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the microtensile bond strength of an indirect composite resin, after surface treatment with hydrofluoridric acid in different periods of etching time and thermocycling, to a resin cement. An acrylic block (6 x 6 x 6mm) was molded with polivinilsiloxane obtaining a mold to build 30 blocks of indirect composite resin (ICR) (Vita VMLC) The blocks were divided in 6 groups (n=5): G1 (negative control): without HF; G2: HF 60s; Group 3: HF 90s; G4: HF 120s; G5: HF 180s; G6 (positive control): sandblasting (Cojet Sand). On the ICR block surface was applied silane (Monobond-S), adhesive system (Excites DSC) and it was cemented to direct composite resin (DCR) blocks, built on the same way that the ICR blocks were made, with dual resin cement. The ICR/cement/DCR were stored in distilled water (37°C/24hs) and cut in machine obtaining 9 samples (n=9). They were submitted to thermocycling (6000 cycles, 5°C to 55°C, 30s) and to the microtensile bond strength test in an universal machine (EMIC). ANOVA ($\alpha=0.05$) showed that the bond strength (Mpa) was not affected by the surface treatment ($p>0.001$). It was verified that G5 ($41.86\pm7.01b$) was statistically different from G1 ($35.64\pm4.95a$); and G2 ($40.20\pm5.63a$), G3 ($40.96\pm5.18a$), G4 ($40.61\pm3.17a$) was statistically different from G6 ($47.38\pm6.12b$) (Dunnet test). It was concluded that the ICR surface treatment with HF 180s produced the highest values of microtensile bond strenght to a resin cement, after thermocycling.

KEYWORDS: hidrofluoridric acid; composite resin; microtensile bond strength; surface treatment.

Autorizo a reprodução gráfica deste documento

Silvia Masae de Araújo Michida

12.07.2007