

Ricardo Pinheiro de Faria

RESISTÊNCIA DE UNIÃO CERÂMICA -
AGENTE CIMENTANTE. TESTE DE
MICRO-TRAÇÃO E ANÁLISE POR
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE
VARREDURA

Tese apresentada ao Curso de Pós-Graduação
em Odontologia-Área Dentística Restauradora,
da Faculdade de Odontologia de Araraquara,
Universidade Estadual Paulista, como parte
dos requisitos para obtenção do título de
Doutor em Dentística Restauradora.

Orientadora: Prof^a Dr^a Leonor de Castro Monteiro Loffredo

Araraquara
2004

Faria, Ricardo Pinheiro de

Resistência de união cerâmica – agente cimentante. Teste de micro - tração e análise por microscopia eletrônica de varredura. / Ricardo Pinheiro de Faria. – Araraquara : [s.n.], 2004.

144 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia.

Orientador: Prof. Dra. Leonor de Castro Monteiro Loffredo

1. Cerâmica. 2. Cimentos dentários. 3. Resistência à tração. I. Título.

DADOS CURRICULARES

Ricardo Pinheiro de Faria

NASCIMENTO 04.07.1973 – CAMPINAS –SP

FILIAÇÃO Lacordaire Lopes de Faria

Adair Pinheiro de Faria

1994/1998 Curso de Graduação

Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

1998 Curso de Especialização em Dentística Restauradora,
na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

2000/2002 Curso de Pós-Graduação em Odontologia – Área de
Dentística Restauradora, Nível de Mestrado, na
Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

- 2001 Professor da Disciplina de Dentística Restauradora e Clínica Integrada da Faculdade de Odontologia da Universidade do Vale do Itajaí - UNIVALI/ SC
- 2002/2004 Curso de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Dentística Restauradora, Nível de Doutorado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

Dedico este Trabalho

..... À minha família,

Aos meus pais, **Lacordaire e Adair,**

pelo exemplo de luta, de vida, dedicação, incentivo, amor, carinho e companheirismo durante toda a minha vida, à minha eterna gratidão.

Aos meus irmãos, **Fábio e**

Juliana, pela amizade, orgulho, confiança e carinho por mim.

Aos sobrinhos, **Gabriel, Louise e**

Carol, pela saudade estampada nos olhos de cada um de vocês. Obrigado pelo abraço, a alegria e o sorriso de felicidade a cada reencontro. Eu amo muito vocês.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À Profa. Dra. Leonor de Castro Monteiro

Loffredo, pelo apoio, competência, atenção e conhecimentos transmitidos, principalmente no planejamento de coleta e análise de dados.

Ao Prof. Dr. Celso Luiz de Angelis

Porto, pela amizade, confiança, conquistas, incentivo e apoio durante toda a minha formação intelectual.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, nas pessoas de seu Diretor **Profa. Dra. Rosemary Adriana Chiéríci Marcantonio** e Vice-Diretor **Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla**, pela oportunidade a mim concedida.

**À Faculdade de Odontologia da
Universidade do Vale do Itajaí – UNIVALI/SC,**
pelo apoio e concessão da bolsa de estudos.

**Aos Professores do Curso de Pós
Graduação da Faculdade de Odontologia de
Araraquara – UNESP,** pela atenção dedicada.

Aos Professores do Departamento de Dentística
da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP: **Ueide,
Salete, Sizenando, Marcelo, Saad, Osmir e Sillas,**
pela amizade e conhecimentos transmitidos.

**Às Bibliotecárias Maria Helena
Matsumoto Komasti Leves e Marley Cristina
Chiusoli Montagnoli,** da Faculdade de Odontologia de

Araraquara - UNESP, pela atenção especial na revisão das referências e elaboração da ficha catalográfica, respectivamente.

Aos Técnicos de Prótese Dental **Zé Vicente e Denilson** – Centro Odontológico Especializado São Carlos/COE, pela confecção dos corpos-de-prova neste trabalho.

Aos técnicos de Laboratório **Cláudio Tita e Marinho** da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP pelo apoio na realização deste trabalho.

Aos Funcionários do Curso de Pós – Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, pela amizade e atenção durante todo tempo de convívio.

Aos colegas de turma **Cristina, Pedro, Cláudia, Ricardo, Eduardo, Roberto, Saturnino e Elaine** pelo convívio e amizade.

A todos que direta e indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Sumário

INTRODUÇÃO.....	11
REVISÃO DA LITERATURA.....	16
PROPOSIÇÃO.....	82
MATERIAL E MÉTODO.....	84
RESULTADO.....	102
DISCUSSÃO.....	111
CONCLUSÃO.....	126
REFERÊNCIAS.....	128
RESUMO.....	139
ABSTRACT.....	142

Introdução

Introdução

As cerâmicas odontológicas têm sido empregadas como material restaurador desde 1770 (SPORHR, 2001). Apresentam como vantagens responsáveis pela sua aceitação propriedades estéticas favoráveis, alta resistência à compressão, biocompatibilidade, estabilidade química e condutibilidade térmica e coeficiente de expansão térmica semelhante à estrutura dental (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995).

Apesar de suas vantagens, as cerâmicas são friáveis a forças de tensão, atribuídas à presença e à propagação de microfissuras presentes na superfície do material, tornando-as susceptíveis à fratura durante procedimentos de cimentação e de forças oclusais (McLEAN e HUGHES, 1965).

As restaurações metalo-cerâmicas, as quais combinam a resistência do metal com a estética da cerâmica, aumentaram o sucesso das restaurações cerâmicas, como material restaurador estético. Apesar de serem amplamente utilizadas na clínica odontológica, a presença do núcleo metálico, em tais restaurações, poderá levar a uma redução na translucidez (BORGES, 2003).

Em 1965, McLEAN e HUGHES desenvolveram a primeira cerâmica, por meio da modificação da composição da fase

cristalina com adição de 40% em peso de alumina à fase vítrea, resultando na cerâmica aluminizada. Subseqüentemente, a introdução de cerâmicas com diferentes combinações, associadas ao uso de técnicas laboratoriais atuais, resultaram em uma melhora nas propriedades mecânicas e estéticas (HONDRUN, 1992).

Recentemente foi introduzido no mercado o sistema IPS Empress 2, uma evolução do sistema Empress (IVOCLAR). Este sistema consiste de uma cerâmica vítrea para confecção de infra-estrutura, contendo mais de 65% em peso de di-silicato de lítio, densamente dispostos e unidos à matriz vítrea, com resistência à flexão superior a 300 MPa. A cerâmica de cobertura apresenta cristais de fluorapatita, aplicada sobre a infra-estrutura através da técnica convencional de estratificação e sinterização (HOLAND et al., 2000; BOTTINO et al., 2001).

As restaurações de cerâmica pura atuais têm sido indicadas para inlays, onlays, coroas totais unitárias e próteses fixas de até três elementos (BOTTINO et al., 2001). Além da resistência intrínseca da cerâmica, o procedimento de união entre a mesma e a estrutura dental é um fator importante para a longevidade da restauração e, dependendo do material cerâmico, a fixação pode ser realizada pela técnica adesiva ou convencional (SPORHR, 2001).

Concomitantemente ao desenvolvimento das restaurações estéticas indiretas, surgiram os cimentos resinosos de

ativação química e fotoquímica. Sua constituição assemelha-se à das resinas restauradoras, porém em proporções diferentes para preencher os requisitos necessários ao procedimento de cimentação, ou seja, apresenta consistência e resistência adequadas (ROSENSTIEL et al., 1998).

Os mais variados pré-tratamentos mecânicos ou químicos da superfície de restaurações cerâmicas têm sido empregados, na tentativa de se criar superfícies mais rugosas, o que possibilita o embricamento mecânico do agente de cimentação. Dentre os meios mecânicos já utilizados para se tratar a superfície dessas restaurações estão jateamento com óxido de alumínio, sistema Rocatec, sistema Silicoater, condicionamento com soluções ácidas e pontas diamantadas.

Em relação ao Sistema IPS Empress 2, é preconizado pelo fabricante a aplicação do ácido fluorídrico por 20 s seguidos de silanização. Entretanto, poucos estudos pertinentes ao tratamento superficial desta cerâmica são descritos na literatura, provavelmente por se tratar de um material ainda recente (DELLA BONA et al., 2001).

Vários testes de resistência têm sido executados para a determinação da resistência adesiva. Entre os mais utilizados, destacam-se os testes de resistência ao cisalhamento, que têm sido criticados quanto ao modelo do espécime (disco/cilindro) e a

distribuição de forças geradas na interface, durante sua aplicação. A técnica comumente empregada, nesse tipo de teste, poderia determinar somente um valor nominal de resistência adesiva e não a verdadeira força necessária para a fratura do espécime, devido à natureza não uniforme da distribuição das forças na interface. Essa distribuição desordenada seria afetada por fatores como o modo de aplicação da força, as propriedades do material e o tamanho do espécime (DELLA BONA E VAN NOORT, 1995; VERSLUIS et al., 1997).

Recentemente, foi desenvolvido um novo método para medir a resistência adesiva dos materiais no substrato dentinário, denominado de Teste de Micro-Tração, que apresenta como vantagem possibilitar a realização do teste de união adesiva em áreas diminutas, de 0,5mm-1,0mm, permitindo que o teste de resistência adesiva possa ser realizado em diferentes áreas de uma mesma superfície ou de um preparo cavitário (SANO et al., 1994).

Assim, com o advento do sistema IPS Empress 2 e do método de micro-tração, julgou-se oportuno avaliar, “in vitro” o efeito de diferentes tempos de condicionamento ácido na resistência de união desta cerâmica com o agente de cimentação, empregando o Teste de Micro –Tração, assim como o tipo de fratura gerada.

Revisão da literatura

Revisão da literatura

Buonocore, em 1955, apresentou um método para aumentar a união entre as resinas acrílicas à estrutura dental, idealizando a técnica do condicionamento ácido do esmalte. A superfície de esmalte vestibular de dentes extraídos foram submetidos à ação de soluções ácidas: ácido fosfomolibdato diluída a 50%, contendo tungstato de sódio juntamente com uma solução de ácido fosfórico 85%. Fazendo o tratamento da superfície dos dentes extraídos com fosfomolibdato-ácido oxálico, notou que a porção ácida do reagente podia remover camadas superficiais do esmalte e o grupo tungstato podia unir-se ao material orgânico disponível no esmalte. Para outras alterações químicas da superfície do esmalte, utilizou ácido oxálico, na esperança de incorporar ao esmalte grupos oxalato, quer pela troca, quer pela reação de precipitação. O uso do ácido fosfórico isolado foi baseado na idéia de que uma simples descalcificação do esmalte poderia remover a estrutura superficial e seria suficiente para produzir uma superfície mais receptiva à adesão. Verificou que a adesão da resina acrílica à superfície de esmalte era maior quando este tecido dental era condicionado com ácido fosfórico a 85%, por 30 s, em relação às amostras que não recebiam nenhum tratamento ácido previamente à colocação da resina acrílica. O autor concluiu que, o aumento da adesão obtida

sobre as superfícies do esmalte tratado poderia ser devido aos seguintes fatores: 1) ácido teria provocado, durante seu ataque, um aumento da área de superfície, 2) a estrutura orgânica do esmalte, exposta pelo ataque ácido, serviria como uma rede, na qual o acrílico poderia unir, 3) haveria a formação de uma nova superfície, devido à precipitação de uma nova substância, como por exemplo, o oxalato de cálcio ou o tungstato orgânico complexo, à qual o acrílico poderia unir, 4) o ataque ácido removeria a velha superfície do esmalte, inerte e totalmente condicionada, fazendo com que se apresentasse uma nova superfície, mais reativa e favorável à adesão e 5) poderia haver, ainda, na superfície do esmalte, a presença de uma camada absorvida de grupos fosfato, altamente polarizados e derivado do ácido usado. Independentemente do mecanismo de adesão ao esmalte, houve um aumento notável na adesão da resina acrílica ao esmalte quando o mesmo era condicionado.

Em 1963, Bowen estudou as propriedades de um polímero reforçado por sílica, comparando-as com as do cimento de silicato, da resina acrílica para restaurações, dos tecidos duros do dente e questionou sobre a validade ou não de futuras pesquisas com o material em questão. O autor destacou que a grande evolução na área de restaurações de resina se deu em 1960, quando após várias pesquisas, foi possível reunir resina epóxica com resina acrílica,

obtendo-se o BisGMA (bisphenol A dimetil metacrilato). O éster glicidil do bisfenol A reage com o metacrilato da resina acrílica, dando origem a resina de Bowen que é a parte orgânica da resina composta. Uma carga inorgânica de partículas vítreas de sílica com forma irregular e tamanho variando em torno de 150µm unida a matriz através de um agente de união (silano) foi adicionada, com o objetivo de melhorar as propriedades físicas do material. A incorporação do pó de sílica (70%) em peso tratado com silano vinílico em polímero orgânico, veio a reforçar este material. Este reforço deu um número de propriedades mais semelhantes a dos tecidos dentários do que às obtidas com as resinas dentárias não reforçadas, propiciando uma redução na contração de polimerização e no coeficiente de expansão térmica, um aumento da resistência à compressão e do módulo de elasticidade, além da baixa solubilidade em água, quando comparada à resina agregada onde foi adicionada a sílica não tratada pelo silano vinílico.

Em 1965, McLean e Hughes, realizaram um estudo onde desenvolveram uma nova cerâmica dental, juntamente com técnicas de aplicação que melhorassem as propriedades mecânicas e a resistência à fratura. Os autores relataram que as fraturas das cerâmicas odontológicas ocorrem devido à existência de fendas na superfície do material, local em que ocorre concentração de tensões

quando a cerâmica é submetida a cargas de tração, fazendo com que a resistência medida seja sempre menor do que a coesão molecular ou a resistência teórica do material cerâmico. Com o objetivo de melhorar as propriedades físicas dos materiais cerâmicos, os autores aumentaram a concentração de cristais de alumina a matriz vítrea do material observando uma melhora significativa das suas propriedades físicas e mecânicas. Diferentes concentrações de alumina foram utilizadas, sendo obtido resultados mais satisfatórios com as amostras em que foi empregado um conteúdo em 40% em peso de alumina. Concluíram que o acréscimo de cristais de alumina como fase de reforço na matriz vítrea aumentou significativamente as propriedades mecânicas da cerâmica, sendo que a cerâmica alumínica alcançou o dobro da resistência transversa das porcelanas dentárias convencionais, maior resistência a choques térmicos, e ainda, que os dentes produzidos apresentam anatomia e estética semelhante às porcelanas convencionais.

Fusayama et al., em 1979, desenvolveram um dispositivo para ensaio de tração e avaliaram as propriedades de adesão do Clearfil Bond System-F (Kuraray) comparando-as com as das resinas Adaptic Total System (Johnson & Johnson), Concise Enamel Bond (3M) e Palakav. Superfícies de esmalte e dentina de incisivos centrais superiores e de molares humanos extraídos foram

desgastadas até se obter uma superfície plana e, em seguida, os dentes foram armazenados em água e secos imediatamente antes do uso. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 40% por 60 s e novamente lavadas e secas. Uma matriz cilíndrica com 5 mm de diâmetro e 4 mm de altura foi posicionada sobre a superfície e preenchida com os materiais testados, e antes da polimerização, foi fixada uma alça no interior da resina. A maioria dos corpos-de-prova foi armazenada em água a 37°C após 10 min de sua confecção e submetida ao ensaio de tração após uma semana, um mês ou três meses. Os autores concluíram que a resina Clearfil promoveu um aumento significativo na união com o esmalte, e que o condicionamento ácido do esmalte e da dentina aumentou os valores de resistência de união.

Simonsen e Calamia, em 1983, realizaram um estudo para avaliar a viabilidade do condicionamento ácido da porcelana e da resistência de união da porcelana condicionada à resina composta. As superfícies de 20 discos de porcelana fixados em estruturas metálicas foram condicionadas por 0, 2,5, 5, 10 e 20 min com uma solução de 7,5% de ácido fluorídrico. Em seguida as superfícies das amostras foram lavadas, secas, recobertas com uma camada de resina sem carga e unidas a um cilindro de resina composta. As amostras foram submetidas ao ensaio de tração com

auxílio de uma máquina de ensaio Universal Instron. Os autores verificaram que a resistência de união aumentou com o aumento do tempo de condicionamento ácido, variando de 0,6 MPa na cerâmica não condicionada, a 7,5 MPa com 20 min de condicionamento. A análise por Microscopia Eletrônica de Varredura evidenciou uma superfície porosa nas cerâmicas condicionadas, ocorrendo falhas adesivas nas amostras que não foram condicionadas, e falhas coesivas, tanto na resina composta como na cerâmica, quando a cerâmica foi condicionada. Os autores sugeriram que os valores de resistência de união obtidos neste estudo sejam significantes e deverão ser satisfatórios para fixação de restaurações em cerâmica, salientando a necessidade de mais estudos para determinar o tempo e concentração da solução ácida ideal.

Em 1984, Calamia e Simonsen, compararam o efeito de dois agentes de silanização comercialmente disponíveis na resistência de união à tração da superfície da cerâmica previamente condicionada. Quarenta corpos-de-prova de cerâmica, divididos em quatro grupos, foram montados em tubos de liga metálica não preciosa. As superfícies dos corpos-de-prova dos grupos 1, 2 e 3 foram condicionadas por 20 min com uma solução contendo ácido hidrófluorídrico e sulfúrico, lavadas e secas. No grupo 1, os corpos-de-prova foram cobertos com uma camada de resina sem carga e

unidas a um cilindro de resina composta. Nos grupos 2 e 3, os corpos-de-prova foram tratados com dois diferentes agentes de silanização antes da união da superfície da cerâmica à resina composta. No grupo 4, os corpos-de-prova não foram condicionados, sendo a cerâmica tratada como no grupo 3, com um agente de união antes da união com a resina composta. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio à tração em uma máquina de ensaio Universal Instron. As médias de resistência de união foram de 11,4 MPa, 11,1 MPa, 14,1 MPa e 8,1 MPa, respectivamente aos grupos 1, 2, 3 e 4. Os autores julgaram importante o condicionamento ácido da superfície da cerâmica, porém, os melhores resultados foram alcançados usando a combinação do condicionamento ácido da superfície da cerâmica com o agente de silanização.

Em 1987, Stangel et al., avaliaram a resistência de união da resina composta à cerâmica empregando diferentes tratamentos de superfície. Foram confeccionados cilindros de uma cerâmica feldspática. Uma das superfícies de cada amostra foi abrasionada com pérolas de vidro por 20 s e submetida a um dos seguintes tratamentos: 1 - sem condicionamento, 2 - condicionamento com ácido fluorídrico a 52% por 90 s e 3 - condicionamento com ácido fluorídrico a 20% em peso por 2,5, 5,

10 e 20 s. Após o condicionamento ácido as amostras foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura para determinar a morfologia de superfície ideal a ser empregada. Numa segunda etapa da pesquisa os autores avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento da união resina composta/cerâmica. Foram então confeccionados 42 botões de cerâmica e divididos em dois grupos: sem condicionamento ácido e condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 20% em peso. As amostras foram divididas em três grupos de 7 amostras cada (A,B,C e D,E,F). Nos grupos A e D as superfícies das cerâmicas foram recobertas com uma resina fotopolimerizável sem carga, unidas a uma cápsula de celulóide preenchida com resina composta posicionada no centro da cerâmica e fotopolimerizada por 1 min. Nos grupos B e E as superfícies da cerâmica foram tratadas com um agente de silanização antes da união com a resina. Nos grupos C e F as superfícies das cerâmicas foram tratadas com um agente de silanização seguidas da aplicação de um adesivo de dentina antes da união com a resina. As amostras foram então imersas em água a temperatura ambiente por 7 dias e submetidas ao teste de resistência de união ao cisalhamento em uma máquina de teste universal Instron com velocidade de 0,2 cm/min. Os autores concluíram que o tratamento superficial da cerâmica através do condicionamento com ácido fluorídrico, com ou sem a

aplicação de um agente de silanização seguida da aplicação de um adesivo aumenta os valores de resistência de união na interface cerâmica/ resina composta.

Lacy et al., em 1988, investigaram o efeito de seis diferentes tratamentos de superfície sobre a superfície da porcelana, por meio de testes de resistência ao cisalhamento. Cerâmica de baixa fusão foi aplicada sobre 60 placas retangulares de níquel-cromo, sendo divididas aleatoriamente em 6 grupos com 10 amostras cada, recebendo os seguintes tratamentos de superfície: grupo A - a superfície da porcelana foi abrasionada com uma ponta diamantada (controle), grupo B - aplicação do silano Scotchprime (3M), grupo C - condicionamento com flúor fosfato acidulado a 1,23% por 10 min e lavagem, grupo D - tratamento igual ao grupo C seguido de aplicação de silano Scotchprime, grupo E - condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 4 min e grupo F - tratamento igual ao grupo E seguido da aplicação de silano Scotchprime. As superfícies das amostras de porcelana foram delimitadas com uma fita adesiva com uma perfuração de 5 mm de diâmetro. Uma fina camada de adesivo Scotchbond (3M) foi aplicada, seguida da aplicação da resina composta P-30 (3M) e fotopolimerização por 40 s. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 h e submetidos ao teste de resistência de

união ao cisalhamento na máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 5 mm/ min. Não houve diferença significativa nos valores de união entre os grupos A, C e E, indicando que sem a aplicação do silano a resistência de união da resina composta à cerâmica foi relativamente baixa, sendo as falhas adesivas. Houve diferença estatisticamente significante entre os grupos B e A, indicando um efeito positivo da aplicação do silano à superfície asperizada com ponta diamantada. Não houve diferença significativa entre os grupos D e E, mas a resistência de união foi significativamente maior do que os outros quatro grupos, ocorrendo falhas coesivas na cerâmica. Os autores concluíram que o agente de silanização é efetivo em estabelecer união entre a resina composta e a porcelana, e quando utilizado em conjunto com o condicionamento ácido, pode criar uma união superior à resistência coesiva da cerâmica. O gel de flúor fosfato acidulado pode substituir o gel de ácido fluorídrico, desde que o tempo de condicionamento seja maior.

McLean, em 1988, realizou uma abordagem sobre o emprego de cerâmicas na prática clínica. Apresentou a composição dos novos materiais, relatando um breve histórico do desenvolvimento, e método de confecção de coroas com as porcelanas alumínicas e porcelanas fundíveis. A seguir, aborda as

propriedades destes materiais, onde justifica a durabilidade limitada das cerâmicas em função da fadiga estática, que é uma reação química onde o vapor da água reage com defeitos superficiais das coroas de cerâmica, enfraquecendo e permitindo o aparecimento de fendas espontâneas, o que explica a fratura de restaurações durante esforços fisiológicos. Ao avaliar os novos sistemas de cerâmica, cita que os principais requerimentos para coroas de porcelana, são a estética e resistência. No entanto, estas propriedades são conflitantes, pois para obter resistência deve ser unida ao metal, ou quando empregada pura é necessário adicionar altas proporções de material cristalino, o que a torna mais opaca. Já, na região posterior, onde ocorrem as maiores tensões, as coroas de cerâmica pura necessitam de um preparo dental que é biologicamente inaceitável; além disso, as coroas metalo-cerâmicas apresentam o dobro da resistência da resistência das porcelanas alumínicas, sendo, portanto, a restauração de escolha na região posterior da cavidade bucal.

Em 1988, Stokes et al., avaliaram a resistência de união ao cisalhamento entre a cerâmica e a resina composta empregando o Fusion (George Taub Productas) como agentes de silanização. Foram confeccionados 40 discos de cerâmica Vita Dur-N (VITA). As amostras foram fixadas em blocos de resina acrílica e

suas superfícies foram regularizadas com lixas de papel abrasivo de granulação 240. A seguir metade das amostras receberam a aplicação do agente de silanização Fusion e, a outra metade, o agente Scotchprime. Após secagem com ar, o adesivo Scotchbond (3M) foi aplicado ao grupo tratado com o agente de silanização Scotchprime e a resina composta Silar (3M) nas amostras tratadas com Fusion. Bráquete ortodôntico foram, então, unidos às amostras. Após 24 horas, 10 amostras tratadas com Fusion e 10 amostras tratadas com Scotchprime foram submetidas ao teste de resistência de união ao cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 1 mm/ min. As outras amostras foram armazenadas em água, a temperatura ambiente, por seis meses e em seguida submetidas ao teste de resistência de união ao cisalhamento. Os padrões de fratura foram observados em microscópio óptico com aumento de 10 vezes e ao microscópio eletrônico de varredura. As médias de resistência de união ao cisalhamento após 24 h e seis meses foram de 13,2 MPa e 1,1 MPa para o agente de silanização Fusion, e de 14,0 MPa e 11,1 MPa para o Scotchprime. Ocorreram falhas coesivas na resina, na interface resinas / bráquete ou dentro da cerâmica no tempo de 24 h. Aos seis meses as amostras tratadas com Fusion falharam na interface resina / cerâmica, enquanto que, nas amostras tratadas co Scotchprime, a união falhou coesivamente na resina ou na interface resina / bráquete. Os autores concluíram

que a degradação da resistência de união observada neste estudo é dependente do tempo e que provavelmente ocorre devido à hidrólise da união entre o silício e o oxigênio na interface cerâmica / silano e o agente de silanização Scotchprime foi superior ao Fusion, em relação à manutenção da união a longo prazo e que a melhora da resistência de união dos materiais de reparo, os tornam indicados para o uso clínico.

Stokes e Hood, em 1989, avaliaram a influência de um agente de silanização e a da termociclagem no selamento da interface resina composta / cerâmica. As amostras da cerâmica Vita Dur-N (VITA) foram divididas em quatro grupos de 8 amostras cada: grupos 1 e 2 – adesivo Scotchbond (3M) e resina composta Silux (3M) e grupos 3 e 4 – aplicação do agente de silanização Scotchprime antes do adesivo e da resina composta. As amostras dos grupos 2 e 4 foram submetidas a ciclagem térmica 200 vezes nas temperaturas de 4⁰C e 60⁰C com duração de 1 min cada banho. O selamento cerâmica / resina composta foi avaliado através da metodologia de infiltração empregando corrente elétrica. Os resultados mostraram que a média de infiltração foi estatisticamente maior no grupo 2, e que o silano foi eficiente na redução da infiltração na interface resina / cerâmica após a termociclagem.

Van Noort et al., em 1989, estudaram a distribuição de tensões em materiais unidos, usando o método de elementos finitos. Justificam a oportunidade do estudo ao constatarem a falta de coerência entre os resultados de resistência de união à dentina obtidos por tração ou por cisalhamento: as diferenças são normalmente atribuídas aos diferentes desempenhos dos sistemas adesivos. Porém, segundo os autores, não têm sido suficientemente considerados os detalhes de aplicação dos ensaios mecânicos. A pesquisa evidenciou que a resistência de união é altamente dependente da geometria dos corpos-de-prova e das características mecânicas dos materiais envolvidos. Concluíram que a carga realmente suportada pela união adesiva tem pouca relação com a carga média calculada (carga na fratura dividida pela área de colagem) para os testes e que é imprescindível fixar todos os parâmetros de ensaio para que possam ser universalmente válidas as comparações entre diferentes sistemas adesivos. Os resultados mostram que as distribuições das tensões na interface de uma resina aderida à dentina são altamente não uniforme e dependente da geometria (especialmente no cisalhamento), forma e tamanho do aderente, bem como da relação entre os módulos de elasticidade dos materiais unidos. Explicaram também que a carga média calculada é, de fato, controlada pela obtenção de uma carga crítica localizada na região mais sensível (normalmente as bordas) da união colada e

que não é possível estabelecer uma relação entre as duas medidas de resistência obtidas por métodos diferentes.

Em 1991, Sorensen et al., avaliaram o efeito de tratamentos superficiais na resistência de união ao cisalhamento da resina composta a porcelanas feldspáticas, com baixo e médio conteúdo de óxido de alumínio. Foram confeccionados discos de porcelana usando nove diferentes marcas comerciais. As amostras foram incluídas em resina epóxica e as suas superfícies foram jateadas com óxido de alumínio. Foram confeccionadas 40 amostras para cada marca comercial, divididas em grupos de 10 amostras e submetidas aos seguintes tratamentos: 1 - nenhum tratamento, 2 - aplicação de um agente de silanização, 3 - condicionamento com ácido fluorídrico a 20% por 3 min e 4 - condicionamento e aplicação do silano. A seguir as amostras foram armazenadas em água a 37°C por 7 dias e termociclados por 1000 vezes a temperaturas de 5°C e de 50°C. O teste de resistência de união ao cisalhamento foi determinado com auxílio de uma máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,05 pol / min. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido hidrofluorídrico aumentou significativamente a resistência de união das porcelanas feldspáticas com alto e médio conteúdo de alumina e a aplicação do silano, após

condicionamento ácido, não promoveu aumento significativo na resistência de união.

Van Noort et al., em 1991, estudaram o efeito da geometria interfacial local sobre a resistência medida de uniões sob tração. Utilizaram dentes humanos e o sistema ScotchBond-2/p-50 em dois grupos: A) a dentina recebeu o primer, o adesivo por toda superfície, removendo os excessos grosseiros, resultando numa camada de 50um de espessura. Um molde foi preenchido com resina, deixando ao seu redor excedente de adesivo; B) o molde foi colocado sobre a dentina depois de receber primer. O adesivo foi aplicado, posteriormente, apenas no interior do molde. Pelos resultados, o método influenciou significativamente nos resultados obtidos no teste de tração (A: 6,90 MPa; B: 3,10 MPa). Creditaram tal discrepância aos diferentes métodos de aplicação dos adesivos, pois a distribuição de tensões pela análise de elementos finitos detectou, para o grupo A, concentrações de tensões na interface adesivo/resina, não refletindo a real resistência adesivo / dentina. Para o grupo B, pela análise, a concentração de tensões ocorreu na interface adesivo / dentina, sendo neste caso, segundo os autores, uma medida mais representativa da real resistência de união.

Hondrum, em 1992, fez uma revisão do emprego das restaurações de cerâmica, destacando suas vantagens, desvantagens, propriedades de resistência e os mecanismos responsáveis pelo aumento desta propriedade. O autor relata que a maior desvantagem das cerâmicas dentárias é a sua suscetibilidade à fratura durante a colocação, mastigação ou por ocorrência de trauma. A susceptibilidade destes materiais está relacionada com vários fatores, como a degradação da união sílica-oxigênio, a indução de falhas durante a confecção, a limitada capacidade de distribuir esforços localizados, a baixa resistência à deformação e à diferença de expansão térmica em relação às ligas metálicas. O autor destacou que a maioria das coroas totais e próteses fixas têm sido confeccionadas em metalocerâmicas devido à baixa resistência das cerâmicas puras. Contudo, existem algumas desvantagens das próteses metalocerâmicas, como o potencial de corrosão da liga e possíveis efeitos tóxicos e alérgicos, assim como a redução da estética devido à falta de translucidez. Relata ainda, que o mecanismo mais comum de falhas das cerâmicas dentais está relacionado à variação das cargas oclusais, ocasionando fadiga do material, e ainda, que a umidade do meio oral pode ocasionar uma redução na sua resistência dentre 20 a 30%. Por isto, as pesquisas têm enfatizado o desenvolvimento de cerâmicas mais resistentes, sendo que o principal dilema tem sido o aumento da resistência sem

o sacrifício da estética. Um dos principais mecanismos para o aumento da resistência das cerâmicas tem sido a dispersão cristalina da matriz vítrea. Durante a cocção, o vidro funde e escoia ao redor dos cristais. Devido à alta rigidez dos cristais, estes têm a capacidade de bloquear a propagação das fendas quando a cerâmica é submetida a uma carga de tração, sendo que quanto maior a quantidade da fase cristalina, maior a resistência do material. Caso o coeficiente de expansão térmica da fase cristalina seja ligeiramente maior do que o da matriz vítrea, o vidro será colocado sob compressão durante o esfriamento, resultando em aumento da resistência da cerâmica.

Em 1992, Lu et al., investigaram o efeito de vários tratamentos superficiais da cerâmica sobre a resistência adesiva na interface resina composta/porcelana. Compararam dois cimentos resinosos, o Porcelite (Kerr) e o Dilute Silux (3M) e dois agentes de silanização, o Porcelain Repair Primer (Kerr) e o Scotchprime Ceramic Primer (3M). Foram confeccionados botões e discos da cerâmica alumínica Vitadur N. As amostras foram divididas em quatro grupos, conforme o tratamento: grupo 1 (controle) - apenas limpeza em ultra-som por 60 s em solução de etanol, grupo 2 - as amostras foram imersas em solução de ácido fluorídrico a 25% e agitadas em aparelho de ultra-som por 150 s, lavadas e secas, grupo

3 - tratamentos com os agentes de silanização seguidos da aplicação de agentes adesivos e grupo 4 - condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação dos agentes de silanização. Os botões e os discos da cerâmica foram unidos com auxílio do cimento resinoso Porcelite (Kerr), armazenados em água a 37⁰C por 7 dias e submetidos ao teste de resistência de união ao cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 1 mm/min. Os tipos de falha foram analisados no microscópio eletrônico de varredura. Com os dois tipos de cimentos resinosos, os valores obtidos para os grupos tratados foram significativamente maiores do que para o grupo controle. Os valores de resistência de união dos grupos tratados pela combinação do condicionamento ácido e aplicação do silano foram significativamente maiores do que os valores dos grupos apenas condicionados. O grupo cimentado com Dilux Silux e Scotch Ceramic Primer apresentou valores de resistência adesiva superiores às amostras cimentadas com o Porcelite. Segundo os autores, esta diferença está relacionada com o maior grau de hidrólise e maior capacidade de umedecer a superfície da cerâmica do Scotchprime Ceramic Primer. A análise de microscopia eletrônica de varredura mostrou porosidade regular e uniforme da cerâmica condicionada. O grupo controle apresentou falhas adesivas na interface resina composta/porcelana, enquanto nos grupos tratados, as falhas foram coesivas. Os autores

concluíram que o tratamento superficial da cerâmica com silano tem uma função importante na união entre a cerâmica e a resina composta e a combinação do condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano potencializa esta união.

Agra et al., em 1993, realizaram um levantamento bibliográfico sobre os agentes de silanização. Os autores analisaram a importância deste material na união química entre a porcelana e resina composta. O silano é uma substância composta por dois grupos funcionais: um organo-funcional e outro sílico-funcional. Para resinas compostas o silano é responsável pela união entre a matriz resinosa (matriz orgânica) e carga inorgânica, conferindo às mesmas melhora em suas propriedades físicas e químicas. As matrizes inorgânicas (vidro de bário, boro e zinco) são submetidas pelo fabricante a um processo conhecido por silanização, que as tornam capazes de reagir quimicamente com a matriz orgânica. Diferentemente do processo usado na fabricação das resinas compostas, onde as cargas são imersas no silano, o processo de silanização da porcelana vale-se do fato de que a superfície da porcelana é rica em materiais vítreos que são parcialmente expostos. O silano não engloba as partículas vítreas, mas reage com as porções expostas destas partículas. O condicionamento ácido da porcelana com ácido fluorídrico tornou possível o embricamento

mecânico da resina fluída nas microretenções criadas na porcelana, obtendo-se uma união mecânica da resina à porcelana. O condicionamento ácido da porcelana resulta na formação de inúmeras microporosidades com a aparência de favo de mel. A ação do ácido é seletiva sobre o SiO_2 , que representa de 52% a 68% da composição de uma porcelana feldspática. A introdução da silanização nas restaurações de porcelana propiciou a união química com o cimento resinoso, sendo que este processo atinge maior êxito quando está associado ao condicionamento ácido da porcelana que aumenta a área de contato entre o silano e a porcelana, favorecendo a retenção mecânica da resina fluída. Por meio destas uniões químicas e mecânicas, as restaurações em porcelana têm sua resistência intrínseca em muito aumentada quando estão unidas aos dentes, compensando a friabilidade característica das mesmas. O processo de silanização pode ser entendido como a sobreposição de uma camada intermediária, o silano, entre a porcelana e o cimento resinoso. O silano apresenta a habilidade de unir-se ao dióxido de silício, presente na porcelana, e a vários metacrilatos, presentes nos materiais resinosos. A porção sílico-funcional do silano se une aos componentes vítreos da porcelana (composta basicamente por quartz- SiO_2). A porção organo-funcional se une à matriz orgânica do cimento resinoso, sendo que esta união silano/matriz orgânica só acontece quando da polimerização do cimento. Geralmente, é

desejável que ácido ou calor sejam usados na ativação do silano para que exista uma melhor união com a porcelana. No mercado, não há produtos que utilizam o silano ativado por calor. Os silanos encontrados no mercado podem ser divididos em duas categorias: os silanos hidrolizados (pré ativados) e os não hidrolizados (ativados por ácido). O silano não hidrolizado é aplicado sobre a porcelana depois que esta tenha recebido um condicionamento com ácido. Aguarda-se alguns minutos e a peça pode ser lavada com água. A lavagem não interfere na silanização, uma vez que o silano já reagiu com a porcelana, e esta porcelana já encontra-se reativa, deixando à mostra, em sua superfície, os radicais organo - funcionais do silano que reagirão com o cimento resinoso durante sua polimerização. Concluíram, a partir da literatura levantada, que em longo prazo o sucesso das restaurações e reparos, ou outros procedimentos que envolvam a união porcelana-resina composta, requerem dos profissionais conhecimentos sobre a função e importância dos materiais e métodos envolvidos neste processo.

Della Bona e Northeast, em 1994, investigaram a resistência ao cisalhamento de resina unida à cerâmica com diferentes procedimentos. Quarenta espécimes de cerâmicas foram confeccionados, planificados com lixa de óxido de silício 600, condicionados com ácido fluorídrico e tratados com agente silano.

Após 24 h os espécimes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos e antes da união de uma porção de resina composta de polimerização dual foram tratadas como se segue: Grupo 1: sem tratamento (controle); Grupo 2: resina ativada aplicada por 5 min, limpa em acetona por 3 min; Grupo 3: como no grupo 2, porém com silano reaplicado e Grupo 4: como o grupo 3, mas recondicionado por 30 s antes da reaplicação do silano. Após a união, os espécimes foram armazenados em água em temperatura ambiente, por 7 dias. Os resultados de resistência de união ao cisalhamento foram: Grupo 1: $18,6 \pm 1,6$, Grupo 2: $15,9 \pm 1,7$, Grupo 3: $16,7 \pm 2,6$ e Grupo 4: $15,3 \pm 3,0$ MPa. As superfícies fraturadas, examinadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura, mostraram falta de coesão dentro da cerâmica em todos os casos. A redução à metade da resistência de união após a aplicação de um tipo de resina foi significativa nos grupos 2 e 4 comparados com o controle ($p < 0,05$). Outras diferenças significantes não foram encontradas. Os autores concluíram que a simples reaplicação do silano manteve a força de adesão da resina à cerâmica quando a cimentação final foi precedida por um tipo de limpeza.

Em 1994, Ozden et al., avaliaram a resistência ao cisalhamento na interface cerâmica / cimento resinoso empregando diferentes tratamentos de superfície. Cerâmica feldspática foi

aplicada na superfície de botões metálicos. As amostras foram divididas em 7 grupos, com os seguintes tratamentos: silano, condicionamento com ácido fluorídrico a 36% por 10 min, asperização com ponta diamantada, asperização com condicionamento ácido e silano, asperização e silano, condicionamento ácido e silano e asperização com condicionamento ácido. Os corpos-de-prova foram unidos com cimento resinoso de dupla polimerização, armazenados em água destilada a 37⁰C por 24 h, termociclados e submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento. Os autores observaram que a maior resistência adesiva foi obtida com a asperização seguida da aplicação do silano; a utilização somente do silano levou a maior média de resistência adesiva, quando comparado a associação da asperização e condicionamento ácido. Os autores concluíram que o condicionamento ácido contribui para a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica, porém, o uso somente do silano, ou a combinação com a asperização, ou condicionamento ácido, teve um efeito superior na resistência ao cisalhamento “in vitro”.

Sano et al., em 1994, estudaram a relação entre área da superfície de colagem e a resistência à tração de materiais adesivos. Em função disto, desenvolveram um novo método para o teste de tração que, pelas dimensões do corpo-de-prova, foi

denominado de “Micro-Tração”. Utilizaram molares não irrompidos. O esmalte oclusal foi removido por um corte transversal ao longo eixo; os materiais aplicados (Clearfil L.B. 2, ScotchBond Multi-Purpose e Vitremer) receberam uma cobertura de resina composta ou ionômero de vidro de 3 a 5mm de altura. Os dentes foram fatiados em cortes seriados, no longo eixo do dente com espessura de 0,5mm a 3,0mm. Foi realizado um estrangulamento em cada fatia, em forma de ampolheta na interface adesivo / dentina. As áreas de colagem foram calculadas pela largura e espessura das amostras que apresentaram, aproximadamente 0,5 por 0,5mm a 3 por 3mm. Os espécimes foram fixados no dispositivo para teste (Bencor-Mult T) apenas por um dos lados e submetidos à força de tração com velocidade de 1mm/min. Após os testes, os modos de fratura foram analisados em microscópio com um aumento de 10X. Os resultados apresentaram uma relação inversa entre área de colagem e resistência à tração para todos os sistemas adesivos testados. O material Clearfil Liner Bond 2 apresentou mais alta resistência de união à tração, seguido pelo ScotchBond MP, sendo que o Vitremer forneceu os valores mais baixos. Para as áreas de superfície abaixo de $0,4\text{mm}^2$ os valores foram: Clearfil Liner Bond 2 – 55MPa; ScotchBond Multi Purpose – 38MPa; Vitremer – 20MPa. As áreas para o Clearfil Liner Bond 2 variaram de $0,25\text{mm}^2$ a $11,65\text{mm}^2$ e fraturas coesivas em dentina aconteceram em todas as

amostras com área maior do que $7,17 \text{ mm}^2$; entre $2,31$ e $7,17 \text{ mm}^2$ encontraram fraturas coesivas e falhas adesivas; em áreas menores que $2,31 \text{ mm}^2$, apenas falhas adesivas. Para o ScotchBond Multi Purpose as áreas variaram de $0,45$ a $4,95 \text{ mm}^2$ e todas as falhas foram adesivas. Com o Vitremer ocorreram muitas falhas coesivas do material. Os autores concluíram que o teste de Micro-Tração é um método adequado para se testar espécimes com áreas de adesão menores porque permitem uma observação de uma alta porcentagem de falhas adesivas em áreas menores que 2 mm^2 .

Thurmond et al., em 1994, avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união com a resina composta. Os seguintes tratamentos de superfície foram investigados: jateamento com óxido de alumínio, instrumentos diamantados, ácido hidrofluorídrico, silano, ácido fosfórico, primer A&B e agente de união. As amostras foram armazenadas em água a 37°C e submetidas ao teste de resistência de união ao cisalhamento em 24 h e após 3 meses, tendo sido termocicladas. No período de 24 horas os maiores valores de resistência de união foram alcançados nos grupos condicionados com ácido hidrofluorídrico. Aos 3 meses, a associação do jateamento e condicionamento ácido resultou no maior valor de resistência de união. Os menores valores foram obtidos nos grupos que receberam apenas tratamento com silano,

primer ou adesivo. Os autores concluíram que a termociclagem e o armazenamento diminuíram os valores de resistência de união ao cisalhamento e a combinação do jateamento e condicionamento com ácido fluorídrico produz uma adesão mais durável.

O objetivo do trabalho de Roulet et al., em 1995, foi testar como diferentes tratamentos de superfície da porcelana e suas combinações podem afetar na sua resistência adesiva com a resina composta. Os autores investigaram várias condições experimentais como o tipo de porcelana, aplicação do silano, tratamento térmico do silano, tratamento mecânico da superfície e condição de armazenamento. Utilizaram, neste estudo, três tipos de cerâmica (Dicor, Mirage e Vitabloc), três tratamentos de superfície (lixa de granulação 600, jateamento com óxido de alumínio e condicionamento ácido com gel de amônia ou ácido fluorídrico), três tipos de silano, dois tratamentos térmicos e duas condições de armazenamento. Após os diferentes tratamentos os cilindros foram unidos com cimento resinoso dual. Após 24 h, 5 dos 10 corpos-de-prova de cada grupo foram submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,5 mm/min. O restante foi armazenado em água a 37°C por 12 meses antes do teste de resistência ao cisalhamento. O tipo de porcelana teve o efeito menos significativo nos valores de resistência de

união. O aquecimento dos espécimes a 100⁰ tratados com silano proporcionou valores de resistência adesiva duas vezes maiores que o grupo que não recebeu aquecimento. O tempo de armazenamento de um ano diminuiu os valores de resistência de união de 50 a 75%, exceto para os corpos-de-prova condicionados com ácido. O maior valor de resistência de união foi obtido com o condicionamento ácido associado ao silano aquecido (28,3 MPa) e menor valor para o tratamento com lixas de granulação 600. Os autores concluíram que os tratamentos superficiais que envolvem modificação mecânica da superfície da porcelana parecem ser o fator chave na resistência de união cerâmica/resina composta.

Della Bona e Van Noort, em 1995, compararam os testes de resistência de união à tração versus cisalhamento devido ao fato de várias pesquisas sobre a união resina composta/cerâmica relatarem uma incidência de fraturas coesivas maior do que na interface adesiva, quando da utilização do teste de resistência ao cisalhamento. Realizaram um trabalho no qual as amostras apresentaram geometria e área superficial idênticas. Três configurações de um desenho cilíndrico em disco foram produzidas para esta avaliação. No grupo A colocaram um cilindro de resina sobre uma base de cerâmica; no grupo B um cilindro de cerâmica sobre uma base de resina. À cerâmica foram aplicados ácido

fluorídrico, silano, adesivo e resina composta. No grupo C, um corpo-de-prova inteiriço de resina, foi ensaiado. Foi aplicado o teste de cisalhamento e também uma análise de elementos finitos, para verificar a distribuição de tensões. Os valores obtidos no grupo A foram significativamente menores que os dos grupos B e C (semelhantes entre si). No grupo A, ocorreram falhas adesivas na interface e fraturas coesivas na base da cerâmica. No grupo B, 80% das falhas foram coesivas na base de resina, e no grupo C, todas as falhas foram coesivas na base de resina. O padrão de tensões para a geometria do corpo-de-prova foi altamente não uniforme, ocorrendo um máximo de tensões de tração, próximo ao ponto de aplicação da carga. Foram realizados também ensaios de resistência à tração com finalidade comparativa. Utilizaram bastões de níquel-cromo e a uma das extremidades foi aplicada porcelana (2mm de altura por 3,45mm de diâmetro). Os bastões foram fixados e alinhados entre as pontas: ácido fluorídrico (grupo 1) ou fosfato acidulado (grupo 2); silano, adesivo e resina composta. Os grupos não apresentaram diferenças significantes. Todas as amostras, em todos os grupos, fraturaram na interface adesiva. O estudo mostrou que ocorreram diferenças significantes frente a esforços de cisalhamento, atribuídas exclusivamente à distribuição interna de tensões, determinada pela natureza e posicionamento dos materiais envolvidos, pois a geometria e interfaces eram idênticas. Pelas fraturas,

predominantemente coesivas na base do material resultante dos testes de resistência ao cisalhamento, os autores concluíram que o referido teste não avalia a real capacidade adesiva, sendo o teste de tração mais representativo para mensurar a resistência de união colada.

Pacheco, em 1995, avaliou o efeito da aplicação do silano e a influência do condicionamento com ácido fluorídrico a 10% na resistência ao cisalhamento de três sistemas adesivos indicados para reparo de restaurações de porcelana. Foram confeccionados 100 discos de porcelana (Duceram N), divididos em cinco grupos. Cada grupo de vinte amostras foi submetido aos seguintes tratamentos: grupo 1 – Multi Bond Alpha (DFL), grupo 2 – Scotchbond Multi-Usó (3M), grupo 3 – Optibond Multi-Usó (KERR), grupos 4 e 5 – Multi Bond Alpha e Scotchbond Multi-Usó, respectivamente modificados pela introdução do condicionamento com ácido fluorídrico a 10%. Metade das amostras de cada grupo foram tratadas com agente de silanização indicado pelo fabricante e na outra metade das amostras, o silano não foi aplicado. Os materiais foram manipulados unindo os discos de porcelana a cilindros de resina composta com 4 mm de diâmetro por 5 mm de altura. Os corpos-de-prova foram armazenados por 24 h a 37⁰C e 100% de umidade relativa. A seguir, foram submetidos ao teste de

cisalhamento numa máquina de ensaio universal (Otto Wolpert Werke, Germany) a uma velocidade de 6 mm/min. As médias de resistência obtidas foram: para o grupo 1 - com silano, 6,52 Mpa e sem silano, 5,26 MPa; para o grupo 2 - com silano, 6,94 Mpa e sem silano, 4,65 MPa; para o grupo 3 - com silano, 10,08 Mpa e sem silano, 5,94 MPa; para o grupo 4 - com silano, 6,24 Mpa e sem silano, 6,53 e para o grupo 5 - com silano, 9,99 Mpa e sem silano, 6,21MPa. Em seguida, os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey. Após os testes de resistência ao cisalhamento as superfícies das amostras de porcelana foram examinadas em uma lupa estereoscópica Carl Zeiss (Carl Zeiss do Brasil) com 25 vezes de aumento, determinando um predomínio de fraturas coesivas no interior da porcelana, para os grupos condicionados com ácido fluorídrico. As amostras foram documentadas através de fotomicrografias realizadas com auxílio de microscópio eletrônico de varredura (Zeiss DS M 960, Germany). Os autores concluíram que: aplicação dos silanos Scotchprimer Ceramic Primer e Porcelain Repair Primer aumentaram significativamente ($p < 0,05$) a resistência de união da interface porcelana / resina composta; os maiores valores de resistência de união da interface porcelana / resina composta, foram obtidos com a utilização dos agentes Scotchprimer Ceramic Primer e Porcelain Repair Primer, associados ao condicionamento com ácido

fluorídrico a 10%; e as análises morfológicas das superfícies de porcelana indicaram um padrão favorável ao embricamento micromecânico quando utilizados os ácidos Porcelain Etch Gel e Flúor Etchant.

Kato et al., em 1996, estudaram a resistência de união e a durabilidade dos sistemas adesivos à cerâmica. Foram investigados, neste trabalho, uma cerâmica feldspática indicada para restaurações do tipo inlay/onlay e facetas laminadas (G – gera CosmectecH II), cinco silanos primers para cerâmica e seis agentes cimentantes. Foram confeccionados dois tamanhos de discos de cerâmica (8 mm x 3 mm e 10 mm x 3 mm). As superfícies de união dos espécimes foram regularizadas com auxílio de lixas de papel abrasivo, jateados com óxido de alumínio 50 µm e limpos em aparelho de ultra-som em banho de acetona. Os primers cerâmicos e os agentes cimentantes foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Em seguida, os espécimes foram armazenados em água a 37⁰C por 24 h e a durabilidade avaliada por termociclagem em água a 4⁰C e 60⁰C, por 20000 ciclos. O teste de resistência de união ao cisalhamento foi determinado com auxílio de uma máquina de ensaio universal (DCZ 500, Shimadzu Corp.), realizado antes e após a termociclagem, a uma velocidade de 0,5 mm por min. Os autores concluíram que todos os espécimes que

receberam a termociclagem tiveram sua resistência de união diminuída significativamente e o jateamento da superfície de união da cerâmica aumentou a resistência de união adesiva.

Em 1996, Kupiec et al., avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência adesiva ao cisalhamento da resina composta unida à cerâmica. Foram realizados três diferentes tratamentos de superfície da cerâmica: jateamento com óxido de alumínio a 50 µm; condicionamento com ácido fluorídrico a 8% por 4 min e associação do jateamento e condicionamento ácido. Foram confeccionados 480 espécimes divididos em 8 grupos de acordo com os diferentes métodos adesivos empregados. Cada um desses oito grupos de 60 espécimes cada foi subdividido em 3 subgrupos de vinte, dependendo do tratamento de superfície da cerâmica. Os métodos adesivos empregados foram: 1 – silano, primer e adesivo; 2 – silano e adesivo; 3 – silano; 4 – primer e adesivo; 5 – primer; 6 – adesivo; 7 – silano e primer e 8 – nenhum tipo de método adesivo. Após a união da resina composta à porcelana, metade dos espécimes de cada subgrupo foi armazenada em água a 37°C por 24 h e a outra metade armazenada por 3 meses e termociclados. Após o teste de resistência adesiva, os autores concluíram que a associação do jateamento e do condicionamento ácido revelou os resultados mais

consistentes, que a utilização do silano melhorou os valores de resistência adesiva a médio e a longo prazo e o jateamento não foi um tratamento de superfície efetivo.

Versluis et al., em 1997, desenvolveram um programa simulado para determinar falhas localizadas e confrontaram os resultados da simulação com os resultados de um experimento paralelo, no qual os autores utilizaram o sistema adesivo ScotchBond Multi Purpose. Os autores destacaram ser amplamente aceito que nos testes de cisalhamento a fratura da dentina devia significar uma força de adesão superior à força da dentina. Nos resultados confrontados, a simulação confirmou que as fraturas coesivas observadas em dentina estão relacionadas, em parte, à biomecânica do teste e não são, necessariamente, um indicativo que a resistência adesiva seja maior que a resistência coesiva da dentina. Os autores concluem que há necessidade de uma nova tecnologia para avaliação das interfaces biológicas e o presente trabalho mostrou o papel vital da padronização numérica na interpretação de tais procedimentos experimentais.

Chen et al., em 1998a, realizaram um estudo com o propósito de avaliar o efeito de diferentes tempos de condicionamento ácido sobre as micro-estruturas da cerâmica Cerec

2 (Vita) e a resistência de união entre esta porcelana e uma resina composta. Foram confeccionadas 54 espécimes retangulares (10 mm x 8 mm x 2,5 mm) e 48 espécimes cilíndricos (8 mm x 2,5 mm) da cerâmica Vitablocs Mark II (A3C 110 e A3C 18, VITA) respectivamente. Os espécimes foram divididos em 6 grupos de nove unidades retangulares e oito unidades cilíndricas. Após o desgaste com papel abrasivo de carboneto de silício de granulação 600, as superfícies de união foram condicionadas com ácido hidrofluorídrico a 5% por 0, 5, 30, 60, 120 e 180 s, respectivamente aos grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6. Em seguida, lavados com água por 1 min, limpos em aparelho de ultra-som com água destilada por 5 min e secos com jatos de ar por 30 s. Um espécime retangular de cada grupo foi preparado para observação em microscópio eletrônico de varredura. Uma fita adesiva com um orifício circular de 5 mm de diâmetro foi fixada no centro de cada espécime retangular para padronizar a área de adesão e a espessura de 50 µm do material de cimentação. Uma fina camada do cimento resinoso, manipulado de acordo com as recomendações do fabricante, foi aplicada na área de união do espécime retangular e do espécime cilíndrico, sendo as duas cerâmicas unidas com uma carga de 5 N. O excesso de cimento foi removido, com auxílio de um pincel, e as amostras foram então fotopolimerizadas em direções opostas por 40 s cada. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37⁰C por 24 h e submetidos ao

teste de resistência de união ao cisalhamento em uma máquina de teste universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os modos de fratura foram analisados com um microscópio óptico. Os resultados mostraram que os valores de resistência de união aumentaram com o aumento do tempo de condicionamento ácido, sendo a maior média obtida quando a cerâmica foi condicionada por 120 s (43 MPa). Com o tempo de condicionamento de 180 s, ocorreu uma diminuição da resistência de união (40 MPa), não sendo estatisticamente diferente do grupo condicionado por 120 s. A análise morfológica das superfícies cerâmicas condicionadas evidenciou uma superfície mais rugosa e com retenções mais profundas com o aumento do tempo de condicionamento ácido. Para os grupos 4, 5 e 6 os modos de fratura foram predominantemente coesivos na cerâmica. Os autores concluíram que os valores de resistência de união correspondem diretamente às alterações estruturais da superfície da cerâmica causadas pelos diferentes tempos de condicionamento ácido.

Chen et al., em 1998b, avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície da porcelana feldspática VMK 68 na resistência de união a resina composta. Os autores variaram a concentração do agente condicionador (2,5 e 5 %), o tempo de condicionamento e o uso combinado de condicionamento e silano.

Foram confeccionados 208 discos de porcelana feldspática VMK 68 na cor A3 (VITA) com 10 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura. Os discos foram divididos em três grupos, sendo que o grupo controle não sofreu tratamento, enquanto que os outros dois grupos foram tratados com ácido fluorídrico a 2,5 % e a 5 %, respectivamente. Em seguida os dois grupos tratados foram divididos em subgrupos de acordo com o tempo de aplicação do agente condicionador, referente a 30, 60, 90, 150 e 180 s. Oito discos do grupo controle e a metade dos discos condicionados foram tratados com um agente de união autopolimerizável que não continha silano (Clearfil New Bond – J Morita) e, na outra metade, com um agente de união com silano (Clearfil Porcelain Bond – J Morita). A resina composta Clearfil APX, cor A3, foi então aplicada e fotopolimerizada por 40 s. Os espécimes foram armazenados em água a 37⁰C por 24 h e submetidas ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal (DCS-500 Shimadzu Corp) com velocidade de 0,5 mm/min. Os valores foram submetidos ao teste de análise de variância e ao teste de múltipla escolha de DUNCAN. Os resultados mostraram que a resistência ao cisalhamento foi influenciada pelo agente de união, condicionamento, tempo de condicionamento e pelas combinações entre condicionamento e período de condicionamento, entre condicionamento e agente de união e período de condicionamento e agente de união. A resistência

ao cisalhamento da resina composta aplicada à porcelana não tratada foi muita baixa. Verificaram ainda que, o período de condicionamento por mais de 30 s, efetivamente, aumentou a resistência de união. Com relação aos agentes condicionadores a 2,5 % e 5% aplicados à porcelana não silanizada, o ácido fluorídrico a 2,5 % determinou maior resistência de união, quando comparado ao mesmo agente com concentração de 5 % para todos os períodos testados, exceto para 180 s. Os autores concluíram que a silanização da porcelana feldspática após condicionamento com ácido fluorídrico aumenta consideravelmente a resistência média de união entre a porcelana e a resina composta.

Em 1998, Kamada et al., avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento utilizando quatro agentes de cimentação adesiva. Foram confeccionados espécimes retangulares (10mm x 8 mm x 2,5 mm) e cilindros (6 mm x 2,5 mm). Quatro tratamentos de superfície foram investigados: grupo controle – abrasão com lixas de papel abrasivo de carboneto de silício de granulação 600 (CT); grupo 1 – (CT) e condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 60 s; grupo 2 – (CT) 2 e aplicação de um agente adesivo que contém silano e secagem por 5 s e grupo 3 – (CT), condicionamento com ácido fosfórico a 37% e aplicação de um agente adesivo que contém

silano. Quatro agentes de cimentação adesivos foram utilizados: Super-Bond C&B (Sun-Medical); Panavia 21 (Kuraray); Clapearl (Kuraray) e Vita Cerec Duo Cement (VITA). A metade das amostras foi armazenada em água a 37⁰C por 24 h e a outra metade foi submetida a 20000 ciclos térmicos a temperaturas de 4⁰ e 60⁰C por 1 min cada banho antes do teste de resistência de união ao cisalhamento. Os tipos de falhas foram observados com auxílio de microscópio óptico. Os resultados mostraram que o tratamento com silano aumentou a resistência de união quando comparado ao grupo controle. Não houve diferença estatística nos valores de resistência de união quando a cerâmica foi tratada com agente adesivo com silano e a combinação do condicionamento ácido seguida da aplicação do agente adesivo com silano. Após a termociclagem, todos os corpos-de-prova tratados com ácido fosfórico e agente adesivo com silano, exceto o cimentado com o Super-Bond C&B, apresentaram falha coesiva na cerâmica. Os autores concluíram que o tratamento associando o condicionamento com ácido fosfórico e agente adesivo com silano, apresentou os maiores valores de resistência de união dos agentes resinosos ao material cerâmico Cerec 2, após termociclagem.

Gomes, em 1999, analisou, “in vitro”, o efeito dos sistemas adesivos e materiais restauradores na resistência adesiva

com o substrato dentinário, através do teste de Micro-Tração utilizando duas marcas comerciais de diferentes sistemas adesivos, Scotchbond MP Plus (3M) e Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray) e duas marcas comerciais de materiais restauradores, Cerâmica IPS Empress (Ivoclar) e Polymer Glass Artglass (Kulzer). Para obtenção dos espécimes, o esmalte dental de terceiros molares, recém extraídos, foi totalmente removido por meio de desgaste perpendicular ao longo eixo do dente, com aproximadamente $2,0\text{mm} \pm 0,1\text{mm}$ de profundidade, utilizando uma máquina de cortes seriados, empregando um disco de diamante com refrigeração abundante. As superfícies foram tratadas com os sistemas adesivos e foram cimentadas as peças de cerâmica e polymer glass, de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, os dentes foram armazenados por 48 h a 37°C e, posteriormente preparados para serem submetidos ao teste de Micro-Tração. Utilizando uma máquina de cortes seriados, os dentes foram fatiados em espessuras de $1,1\text{ mm} \pm 0,1\text{mm}$ nos sentidos vestibulo-lingual e méso-distal, obtendo áreas de adesão de $1,0\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}^2$ na área de teste. Os espécimes na forma de “palitos” foram afixados individualmente em um dispositivo de Micro-Tração pelas suas extremidades, para que fosse possível posicionar a área de adesão perpendicular ao longo eixo da força de tração. Após o teste, as duas porções fraturadas foram removidas e a área transversal correspondente à fratura foi

medida, utilizando um paquímetro universal com leitura eletrônica, com precisão de 0,01mm. O valor da área foi transformado em cm^2 e o valor da carga em Kgf. Os valores finais de resistência adesiva foram calculados expressos em MPa. A análise estatística aplicada mostrou que não houve diferença significativa na resistência de união para os materiais restauradores, porém, em relação aos sistemas adesivos, houve diferença estatisticamente significativa, onde o material Clearfil Liner Bond 2 apresentou valor médio de união mais elevado que o material Scotchbond MP Plus. As falhas de união entre os materiais empregados foram predominantemente adesivas (93,75%).

Jardel et al., em 1999a, realizaram um estudo com o propósito de avaliar o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico e a aplicação do silano sobre a resistência de união das cerâmicas feldspáticas GC (GC Dental) e PVS (SS White), além da topografia de superfície formada na cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico. Foram confeccionados 80 discos de cada cerâmica com 4 mm de altura sobre bases de níquel-cromo. As superfícies das cerâmicas foram regularizadas através de desgaste com lixas de papel abrasivo de granulação 220, formando uma superfície plana. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos e receberam os seguintes tratamentos superficiais:

grupo 1 – sem tratamento; grupo 2 - condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 5 min; grupo 3 – aplicação do silano e grupo 4 – condicionamento e silanização. As amostras foram unidas aos pares com o adesivo Super-Bond (Sun Medical) e armazenadas em estufa a 37⁰C com 100% de umidade. Após 1 h, foram submetidas ao teste de resistência à tração. A topografia de superfície de dez amostras de cada cerâmica foi analisada através da medição da rugosidade tridimensional empregando microscópio de varredura conectado a um computador. A cerâmica GC, sem tratamento de superfície, revelou o menor valor médio de resistência à tração (8,3 MPa), sendo que o condicionamento foi menos efetivo (11,6 MPa) do que a silanização (19,6 MPa), e a associação do condicionamento e silanização resultou em maior resistência média (21,7 MPa). Para a cerâmica PVS, todos os valores de resistência de união à tração foram menores do que os obtidos pela cerâmica GC. As amostras que não sofreram tratamento superficial resultaram em valor médio de resistência de união menor (6,1 MPa) sendo que o condicionamento (11,2 MPa) foi eficiente como a silanização (12,4 MPa), e a associação do condicionamento e silanização aumentou a resistência média de união (14,6 MPa). A análise da topografia da superfície revelou, que após o condicionamento com ácido fluorídrico, a rugosidade aumentou em 40% para cerâmica GC, e 69% para cerâmica PVS em comparação com as superfícies polidas.

Concluíram que o condicionamento, por si só, é insuficiente, sendo a silanização um tratamento simples e tão ou mais efetivo. A combinação do condicionamento ácido e silanização é, de forma geral, o tratamento superficial mais efetivo para as cerâmicas testadas.

Jardel et al., em 1999b, avaliaram o efeito do tratamento com ácido fluorídrico a 10% na energia de superfície de duas cerâmicas feldspáticas. Foram confeccionadas trinta amostras da porcelana GC (GC Dental) e trinta amostras da porcelana PVS (SS White), distribuídas aleatoriamente em quatro grupos: grupo a - amostras polidas da porcelana GC, grupo b - amostras condicionadas da porcelana GC, grupo c - amostras da porcelana PVS e grupo d - amostras condicionadas da porcelana PVS. Em um ambiente a 37⁰C e sob pressão de uma atmosfera, uma gota de água destilada foi posicionada na superfície da porcelana. O ângulo de contato foi medido após 5 s por meio do instrumento G1 Krus-Zeiss. Os resultados foram submetidos à análise de variância e teste de SHEFEE. Os resultados mostraram que o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% aumentou o potencial de adesão para ambas porcelanas. Contudo, o condicionamento da porcelana GC determinou o maior potencial de adesão, mas sem diferença estatisticamente significativa entre os dois grupos condicionados. O

condicionamento aumentou o ângulo de contato em 29% para a porcelana GC e em 26% para a porcelana PVS. Os autores concluíram que a silanização com silanos não hidrolisados promovem aumento na força de adesão e é preferível ao condicionamento ácido, como foi observado em estudo anterior (JARDEL et al., 1999a). No entanto, o ideal é o uso combinado do condicionamento e silanização.

Sato et al., em 1999, avaliaram o efeito do catalisador para o agente de silanização e o agente iniciador para o sistema adesivo na resistência de união cerâmica/cimento resinoso dual. Foram utilizados um sistema adesivo autopolimerizável (Clearfil Porcelain Bond – CPB) e um sistema adesivo de ativação dual (Clapearl Bonding Agent – CBA). Espécimes da cerâmica Cerc 2 Vitablocs Mark II foram confeccionados e divididos em grupos de acordo com os seguintes tratamentos: grupo 1 (controle) sem aplicação do silano, grupo 2 – tratado com CBA sem adição do líquido ativador do silano, grupo 3 – todos os componentes do CBA foram utilizados de acordo com as recomendações do fabricante e grupo 4 – tratado como o grupo 3, porém os espécimes foram fotopolimerizados por 20 s; grupo 5 – tratado apenas com o líquido ativador do silano; grupo 6 – tratado com o sistema CBA sem líquido catalisador; grupo 7 – tratado com CBA sem aplicação do

líquido universal; grupo 8 – tratado com CPB sem adição do líquido ativador do silano e grupo 9 – sistema CPB, de acordo com as recomendações do fabricante. As amostras da cerâmica foram unidas entre si com um cimento resinoso dual, armazenadas a 37⁰C por 24 h e submetidos ao teste de resistência de união ao cisalhamento em uma máquina de ensaio universal (DCS 500) a uma velocidade de 0,5 mm/min. O grupo que apresentou maior resistência adesiva média foi o que recebeu fotopolimerização complementar antes da cimentação. Os grupos 3 e 9 exibiram médias de resistência adesiva comparáveis, contudo os demais grupos alcançaram valores significativamente mais baixos. Segundo os autores, os resultados sugerem que a incorporação de um iniciador e um catalisador para o agente de silanização durante a cimentação adesiva aumenta a união entre o cimento resinoso e o material cerâmico.

Barghi et al., em 2000, avaliaram o efeito do tratamento térmico de porcelanas silanizadas, e tempo entre a silanização e procedimento de união sobre a resistência de união ao cisalhamento entre a cerâmica e resina composta. Foram confeccionados 180 espécimes da cerâmica VMK 68 (Vita). As superfícies de união foram regularizadas com lixas de papel abrasivo de granulação seqüencial 240, 320, 400, 600, formando uma superfície plana. As amostras foram nomeadas ao acaso e

divididas em seis grupos e 18 subgrupos de 10 amostras cada. Foram empregados um agente de silanização experimental e três comerciais, Mirage (Chameleon), Scotchbond Ceramic Primer (3M) e Silanit (Vivadent). As amostras não silanizadas serviram como grupo controle. As amostras submetidas ao tratamento com o silano experimental foram submersas na solução recém preparada por 3 min e deixadas secar na bancada por 1 h, sendo então aquecidas sob vácuo por 60 min a 60°C em um forno de cerâmica. Os silanos comerciais foram aplicados seguindo as recomendações do fabricante. Nos grupos tratados com o silano Mirage, em um grupo foi seguida a recomendação do fabricante, e no outro grupo foi realizado o tratamento térmico da cerâmica silanizada como no grupo experimental. Dez amostras de cada grupo foram unidas a um cilindro de resina composta Mirage FCL (Chameleon) com 2,97 mm de diâmetro x 2 mm de altura após 3 min. Os outros subgrupos, com dez amostras cada, foram armazenados em um recipiente selado por 24 h e 1 semana, respectivamente antes do procedimento de união. Após o procedimento de união, os corpos-de-prova foram armazenados em solução salina a 2% a 37°C por 1 semana e submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 5 mm/min. O tipo de fratura foi determinado com auxílio de um microscópio óptico com 10 vezes de aumento. Os valores de resistência de união variaram de 2,8 a 23, 3

MPa. Todos os grupos mostraram valores de resistência de união significativamente maiores que o grupo controle nos períodos de pós silanização de 3 min, 24 h e uma semana. Os grupos que receberam tratamento térmico da cerâmica silanizada apresentaram aumento na resistência de união após 24 h quando comparado com os valores obtidos após 3 min e mantiveram valores de resistência de união significativamente maiores após 1 semana. O grupo do Silanit exibiu diminuição da resistência de união com o atraso no procedimento de união. Para os grupos tratados com o silano Mirage, sem aquecimento, e Scotchbond Ceramic Primer não houve diferença estatisticamente significativa nos valores médios de resistência de união nos três tempos investigados. No grupo controle, as falhas de união foram 100% adesivas e, nos demais grupos, ocorreram falhas coesivas na cerâmica e/ou adesiva. Os autores concluíram que os valores de resistência de união da resina composta à cerâmica aumentam após o tratamento com calor e durante os períodos de tempo pós silanização.

Em 2000, Della Bona et al., avaliaram o efeito de diferentes tratamentos na superfície das cerâmicas IPS Empress e IPS Empress II através do teste de micro-tração. As amostras das cerâmicas foram jateadas com óxido de alumínio 100 µm, divididas em 10 grupos, IPS Empress (1 ao 5) e IPS Empress 2 (6 ao 10) e

submetidas aos seguintes tratamentos respectivamente: grupo 1 e 6 – ácido hidrofúorídrico a 9,6%, grupo 2 e 7 – flúor fosfato acidulado a 4%, grupo 3 e 8 – silano, grupo 4 e 9 ácido hidrofúorídrico e silano e grupo 5 e 10 – flúor fosfato acidulado e silano. As superfícies foram tratadas com o sistema adesivo ScotchBond Mult-Purpose Plus (3M) e foi aplicada resina composta Z-100 (3M) e fotopolimerizada. Os blocos de cerâmica/resina foram cortados com auxílio de disco diamantado em fatias de aproximadamente 0,85 mm, rotacionados 90⁰ e cortados novamente formando filetes. Os espécimes em forma de filetes foram armazenados em água destilada a 37⁰C por 30 dias e submetidas ao teste de resistência de união à micro-tração a uma velocidade de 0,5 mm/min. Todas as fraturas ocorreram na interface adesiva. A análise da microscopia eletrônica de varredura revelou que o condicionamento ácido promoveu maior degradação da superfície da cerâmica e resultou em maiores valores de resistência de união do que o flúor fosfato acidulado. As médias de resistência de união dos grupos 6 ao 10, correspondentes à cerâmica IPS Empress 2, foram significativamente maiores que as médias dos grupos 1 ao 5, da cerâmica IPS Empress. Após análise dos resultados os autores concluíram que a resistência adesiva estava primariamente ligada à microestrutura e ao tratamento de superfície.

Holand et al., em 2000, compararam a microestrutura e as propriedades mecânicas entre as cerâmicas IPS Empress e IPS Empress 2 (IVOCLAIR). Foi confeccionada uma coroa total em IPS Empress e uma prótese fixa de três elementos em IPS Empress 2, sendo aplicada a cerâmica de estratificação à base de leucita sobre a estrutura de IPS Empress e cerâmica de estratificação à base de apatita sobre a estrutura de IPS Empress 2. Em seguida, as restaurações foram seccionadas e as superfícies condicionadas com solução aquosa de ácido fluorídrico a 2,5% por 10 s, sendo a cerâmica de estratificação IPS Empress 2 condicionada com solução aquosa de ácido sulfúrico a 30% e ácido fluorídrico a 4% por 10 s. As amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura e as fases cristalinas determinadas pela análise de difração de raio-X. As propriedades mecânicas, ópticas térmicas e químicas foram determinadas seguindo as especificações da ISO. A microscopia eletrônica de varredura evidenciou que o condicionamento dissolveu a matriz vítrea a partir da superfície em poucos micrômetros, expondo os cristais. Foi possível observar os cristais de leucita precipitado na matriz vítrea da cerâmica IPS Empress, assim como os cristais alongados de di-silicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) medindo de 0,5 a 4 μm de comprimento. O di-silicato de lítio correspondeu à principal fase cristalina, sendo os cristais de ortofosfato de lítio (Li_3PO_4) a segunda fase, os quais não são

visualizados devido ao condicionamento ácido. Esta fase cristalina é caracterizada como uma pequena fase com cristais aproximadamente de 0,1 a 0,3 μm de diâmetro e esta localizada na matriz vítrea e na superfície dos cristais de di-silicato de lítio, que correspondem aos pequenos orifícios na superfície destes cristais. O conteúdo de di-silicato de lítio foi de $70 \pm 5\%$ em volume, em comparação com $35 \pm 5\%$ em volume de leucita para cerâmica IPS Empress. A cerâmica para estratificação IPS Empress 2 evidenciou cristais de apatita muito finos dispersos e precipitados na matriz vítrea. Estes cristais foram determinados como sendo de fluorapatita pela análise de difração de raio-X, medindo de 300 nm a 3 μm de comprimento. A resistência à flexão da cerâmica IPS Empress 2 foi de $400 \pm 40\text{MPa}$ comparado com $112 \pm 10\text{MPa}$ da cerâmica IPS Empress. A cerâmica IPS Empress foi menos abrasiva ao esmalte dental ($1,3 \text{ mm}^2$) em comparação à IPS Empress ($6,1 \text{ mm}^2$). A estrutura de di-silicato de lítio mostrou translucidez comparável com o IPS Empress e a dentição natural. O coeficiente de expansão térmico linear do IPS Empress 2 foi de $10,6 \pm 0,25 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ($100 - 400^\circ\text{C}$), e do IPS Empress foi de $15,0 \pm 0,25 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ($25 - 500^\circ\text{C}$). Os autores concluíram que, em comparação com a cerâmica IPS Empress, a cerâmica para estrutura IPS Empress 2 consiste de uma nova microestrutura de cristais de di-silicato de lítio envolvidos em uma matriz vítrea. O grau de cristalização do IPS Empress 2 é maior do

que o IPS Empress, portanto, suas propriedades mecânicas são maiores.

Bottino et al. Descreveram, em 2001, a cerâmica IPS Empress 2 como uma cerâmica vítrea de disilicato de lítio ($\text{SiO} - \text{LiO}$), sendo que esta cerâmica consiste em uma estrutura cristalina em que os cristais são embebidos por uma matriz vítrea. Os cristais de di-silicato de lítio correspondem a 60% em volume, medindo entre 0,5 a $5\mu\text{m}$. Uma segunda fase cristalina, encontrada em pequena quantidade, é composta por ortofosfato de lítio, com partículas de 0,1 a $0,3\mu\text{m}$. Os autores relataram uma resistência flexural para esta cerâmica de $350 \pm 50 \text{ MPa}$, indicando-as para coroas em geral e próteses fixas de três elementos. Para cimentação das peças, os autores indicam a cimentação adesiva com cimentos de ionômero de vidro híbrido ou cimento resinoso, precedido pela realização do condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano na porcelana.

Della Bona et al., em 2001, investigaram a resistência à fratura da adesão da cerâmica Empress 2 com resina composta realizando três diferentes tratamentos de superfície: grupo 1 - condicionamento com ácido fluorídrico a 9,6% por 2 min, grupo 2 - aplicação do agente silano somente e grupo 3 – associação do

condicionamento ácido e aplicação do silano. Em todas as superfícies tratadas foram aplicados o sistema adesivo Scotchbond Mult Purpose e a resina composta Z-100. Dez amostras de cada grupo foram estocadas em água a 37⁰C por 30 dias e posteriormente foi realizado o teste de resistência à tração. Os resultados foram de 41,7 ± 6,7 Mpa, 30,1 ± 5,3 MPa e 56,1 ± 4,1 Mpa, respectivamente aos grupos 1,2 e 3. Todas as fraturas ocorridas foram do tipo adesivas, na interface cerâmica/resina composta.

Em 2001, Maltezos et al., compararam a resistência de união dos sistemas adesivos Noribond (NOR), panavia (PAN) e Variolink II (VAR) com três sistemas de cerâmica: porcelana feldspática reforçada com leucita (LEU), porcelana feldspática (FEP), que foi usada como controle e cerâmica de óxido de alumina. As duas primeiras cerâmicas foram condicionadas com ácido e a de óxido de alumina recebeu jateamento. Após o tratamento das superfícies, cilindros de resina composta foram unidos à cerâmica e os conjuntos foram então estocados por 3 dias. Após a realização do teste de resistência adesiva, os resultados obtidos para cerâmica de óxido de alumina, com os cimentos PAN, NOR e VAR foram respectivamente 15,97 ± 4,92 MPa, 22,65 ± 1,56 MPa e 19,56 ± 1,98 MPa e as fraturas ocorridas foram, principalmente, adesivas. Os valores para cerâmica LEU e FEP para os cimentos PAN, NOR e

VAR, foram de, respectivamente, $18,12 \pm 3,56$ Mpa, $23,56 \pm 3,87$ Mpa, $21,28 \pm 4,37$ Mpa, $18,36 \pm 3,54$ Mpa, $24,79 \pm 3,71$ MPa e $23,69 \pm 3,91$ MPa. As falhas observadas, nestes dois grupos, foram coesivas, sugerindo que a resistência adesiva foi maior que a resistência das cerâmicas. Todos os sistemas de união tiveram diferença significativa para cada material cerâmico e a maior força adesiva foi encontrada com o sistema adesivo Noribond.

Faria e Porto, em 2002, avaliaram “in vitro” a resistência de união do Cerômero Artglass (Heraeus/Kulzer) ao cimento resinoso RelyX (3M), através do teste de Micro-Tração. Os seguintes tratamentos de superfície foram investigados: microjateamento com óxido de alumínio (AO), Artglass Liquid (AL), Silano (S), ácido fluorídrico (HF) e ácido fosfórico (AF). Cinco espécimes, cada qual consistindo de um par de cilindros (10x10mm), foram confeccionados. As superfícies de união foram regularizadas através de desgaste com lixas abrasivas de granulação seqüencial sob refrigeração. Os espécimes foram nomeados ao acaso e submetidos aos seguintes tratamentos antes da cimentação: grupo 1 (AO/AGL), grupo 2 (AO/AF), grupo 3 (AO/AF/S), grupo 4 (AO/HF) e grupo 5 (AO/HF/S). Os espécimes, aos pares, foram cimentados com um sistema adesivo dual e cimento resinoso dual, de acordo com as recomendações do fabricante. Espécimes foram

fotopolimerizados, armazenados por 48 h a 37°C e, posteriormente, termociclados. Com auxílio de um disco de diamante perpendicular à superfície de união, “palitos” com 1 mm² de área de seção foram obtidos. Os valores de resistência de união (MPa) foram obtidos com auxílio de uma máquina de teste universal (MTS 800). Os resultados foram de 29,39 ± 5,13, 27,49 ± 5,32, 29,49 ± 4,94, 24,41 ± 2,67 e 22,19 ± 2,33, respectivamente aos grupos 1, 2, 3, 4 e 5. Análise de variância e teste de Tukey foram aplicados, ao nível de significância de 5%. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos 1,2 e 3; 4 e 5; e 2 e 4. As forças de união foram significativamente maiores nos grupos 1 e 3 do que nos grupos 4 e 5; e no grupo 2 do que no grupo 5. Os autores concluíram que o microjateamento com óxido de alumínio e Artglass Liquid se constituiu em um pré-tratamento de superfície efetivo; a silanização pode melhorar a força de união promovida pelo microjateamento e condicionamento com ácido fosfórico, o condicionamento com ácido fluorídrico não é recomendado, pois diminui a resistência de união e a análise dos modos de fratura revelaram falhas de união predominantemente adesivas com rompimento da união na interface Cerômero/cimento resinoso.

Em 2001, Sporhr avaliou a resistência à tração da união entre cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 (Ivoclar) e

matérias de fixação sob diferentes tratamentos na superfície da cerâmica, associado ou não à aplicação do silano. Foram confeccionados duzentos e quarenta discos em cerâmica com 5,5 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura e separados em 12 grupos de 10 pares de disco. Cada grupo foi submetido aos seguintes tratamentos: Grupos 1 e 7 – jateamento com óxido de alumínio 100 μ m; Grupos 2 e 8 - jateamento com óxido de alumínio 100 μ m e aplicação do silano; Grupos 3 e 9 - jateamento com óxido de alumínio 50 μ m; Grupos 4 e 10 - jateamento com óxido de alumínio 50 μ m e aplicação do silano; Grupos 5 e 11 – condicionamento com ácido fluorídrico 10%, por 20 s; Grupos 6 e 12 - condicionamento com ácido fluorídrico 10%, por 20 s e aplicação do silano. Os discos em cerâmica dos grupos 1 a 6 foram unidos, aos pares, com adesivo Single Bond e cimento resinoso Rely X, e os discos dos grupos 7 a 12, com cimento de ionômero de vidro modificado por resina ProTec CEM. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37⁰C durante 24 h, seguido de 500 ciclos térmicos de 5⁰C e 55⁰C, com duração de 1 min em cada banho. Então, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em uma máquina Instron (Modelo 4411) com velocidade de 1 mm/min. O tipo de falha foi verificado numa lupa estereoscópica com aumento de 20 vezes. As médias dos resultados foram: Grupo 1 - 3,80 Mpa, Grupo 2 - 8,35 Mpa, Grupo 3 - 5,35 Mpa, Grupo 4 -

11,84 Mpa, Grupo 5 - 16,94 Mpa, Grupo 6 - 25,36 Mpa, Grupo 7 - 0,51 Mpa, Grupo 8 - 3,61 Mpa, Grupo 9 - 0,64 Mpa, Grupo 10 - 4,06 Mpa, Grupo 11 - 4,75 MPa e Grupo 12 - 11,20 MPa. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($p < 0,05$) e mostraram que a fixação com o cimento resinoso Rely X proporcionou maior média de resistência à tração em relação ao ProTec CEM, independente do tratamento superficial da cerâmica e silanização ($p < 0,05$); o tratamento da superfície da cerâmica com ácido fluorídrico 10% forneceu maior média de resistência à tração ($p < 0,05$) em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50 μm e 100 μm , independente do material de fixação e silanização; a aplicação do silano aumentou a resistência de união em relação às superfícies sem aplicação do silano, independente do material de fixação e tratamento superficial da cerâmica. Nos corpos-de-prova fixados com o Protec CEM, as falhas foram adesivas quando realizado o jateamento com óxido de alumínio e não aplicado o silano, e predominantemente coesivas no cimento quando associado condicionamento com ácido fluorídrico e silanização. Já os corpos-de-prova fixados com Rely X, as falhas foram predominantemente mistas.

Burke et al., em 2002, relataram a importância da utilização dos sistemas adesivos em trabalhos de porcelana. Apesar

das variações da resistência mecânica dos diferentes sistemas cerâmicos, a taxa anual de falhas está em aproximadamente 3%. Os efeitos da odontologia adesiva têm sido examinados por meio de estudos clínicos e laboratoriais. Um dos aspectos dos estudos “in vitro” tem sido a otimização da resistência adesiva entre a porcelana e o cimento resinoso adesivo, enquanto que os estudos clínicos determinam as taxas de falha, utilizando a cimentação adesiva ou cimentação convencional com cimento fosfato de zinco. Os trabalhos disponíveis sugerem que a cimentação adesiva deve ser utilizada em trabalhos de porcelana, devido a menor taxa de fraturas, pois ocorre um aumento da resistência da porcelana e um melhor selamento da linha de término.

Foxton et al., em 2002, avaliaram a durabilidade da resistência adesiva da interface porcelana/cimento resinoso. Diferentes tempos de armazenagem dos espécimes foram investigados: 1 dia, seis semanas e um ano. Blocos de cerâmica do sistema Celay (VITA) foram confeccionados. As superfícies da cerâmica foram tratadas com ácido fosfórico a 40% por 10 s, silanizadas e, em seguida, receberam a aplicação de diferentes sistemas adesivos. Os espécimes, aos pares, foram cimentados com um cimento resinoso dual e após cada período de armazenagem os espécimes foram cortados para realização do teste de resistência de

união à micro-tração. Os autores concluíram que houve uma diminuição na média de resistência de união com o aumento do tempo de armazenagem. Os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond e Clearfil Photo Bond proporcionaram um misto de falhas adesivas e coesivas, sendo que a área de falhas adesivas foi crescendo com o aumento do tempo de armazenagem.

Com o objetivo de determinar o efeito de diferentes tratamentos da superfície cerâmica sobre a força de união, Meyer Filho, em 2002, avaliou a resistência adesiva por meio de testes de micro-tração da união resina composta - cerâmica. Quatro blocos cerâmicos foram fabricados por injeção sob pressão da cerâmica vítrea de disilicato de lítio do sistema IPS Empress 2. As superfícies de união foram regularizadas com auxílio de lixas de papel abrasivo de granulação 600 e em seguida microjateadas com partículas de óxido de alumínio 50 μ m. Os blocos cerâmicos foram então divididos em quatro grupos e submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: Grupo 1 (HF + S)- condicionamento com ácido hidrofúorídrico 9,5% durante 20 s e aplicação do silano por 3 min, Grupo 2 (S)- aplicação do silano, Grupo 3 (HF) - condicionamento com ácido hidrofúorídrico e Grupo 4 - nenhum tratamento. O adesivo do sistema Scotchbond Multi-Purpose Plus

foi aplicado sobre as superfícies cerâmicas pré-tratadas, fotopolimerizado e em seguida resina composta (Filtek Z250) foi adicionada e fotopolimerizada em quatro incrementos de 4 mm sobre cada superfície cerâmica pré-tratada. Os blocos de resina-cerâmica assim confeccionados foram armazenados em água a 37°C por 24 h e posteriormente cortados em dois sentidos perpendiculares com um disco de diamante à baixa velocidade em uma máquina de cortes Isomet, produzindo 25 corpos-de-prova em forma de filetes com secção transversal medindo aproximadamente 0,9 mm X 0,9 mm. O grupo 4 foi descartado, já que houve falha adesiva no momento dos cortes. Cada corpo-de-prova dos grupos 1,2 e 3 foi preso às hastes superior e inferior do aparelho Bencor Multi-T e submetido ao teste de microtração em uma máquina universal de testes Instron modelo 4444. Os valores médios (MPa) obtidos (G1: $56,8 \pm 10,4$, G2: $44,8 \pm 11,6$ e G3: $35,1 \pm 7,7$) foram submetidos à análise estatística, que mostrou que houve diferença estatisticamente significativa entre os três grupos testados, sendo o grupo 1 (HF + S) o que produziu maior média de resistência de união, seguido pelo grupo 2 (S) e grupo 3 (HF). O autor concluiu que o tratamento de superfície é importante para a adesão e sugere que o silano foi o principal responsável pelos valores de resistência de união alcançados no grupo 1. Quanto ao modo de fratura dos espécimes, examinado por Microscopia Eletrônica de Varredura

(MEV), observou-se que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão.

Borges et al., em 2003, avaliaram o efeito do condicionamento ácido e da abrasão a ar sobre a microestrutura de diferentes sistemas cerâmicos. Cinco copings (IPS Empress, IPS Empress II (0,8 mm de espessura), Cergogold (0,7 mm de espessura), In-Ceram Alumina, In-Ceran Zirconia, e Procera (0,8 mm de espessura) foram fabricados de acordo com as instruções do fabricante. Cada coping foi seccionado longitudinalmente em quatro partes iguais com auxílio de um disco diamantado sob refrigeração. As secções resultantes foram divididas aleatoriamente em três grupos de acordo com os diferentes tratamentos de superfície: grupo 1- amostras sem tratamento de superfície adicional, grupo 2 - jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm a 4 bar de pressão e grupo 3 - condicionamento com ácido hidrofúorídrico 10% (IPS Empress II – 20 s, IPS Empress e Cergogold – 60 s e In-Ceram Alumina, In-Ceran Zirconia e Procera – 2 min). Após os tratamentos de superfície, as amostras foram revestidas com liga de ouro-paládio sob vácuo e, em seguidas, observadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura. As fotomicrografias mostraram que o jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm modificou a superfície morfológica das cerâmicas IPS Empress, IPS Empress II e

Cergogold. As topografias de superfície entre os grupos foram similares entre si. Irregularidades de superfície rasas similares ao grupo controle apresentaram-se claramente evidentes. As amostras da cerâmica Procera mostraram uma área com grânulos salientes e os formatos dos grânulos facilmente identificados. Quando o jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm , todos grânulos foram aplainados produzindo uma superfície plana. O jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm não modificou as características morfológicas do In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia, e as mesmas irregularidades de superfície encontradas no grupo controle permaneceram. O condicionamento com ácido fluorídrico 10% do IPS Empress II produziu cristais alongados com irregularidades rasas. Para cerâmica IPS Empress e Cergogold o ácido fluorídrico produziu uma superfície com morfologia tipo “favo de mel”. O condicionamento com ácido fluorídrico não modificou as estruturas de superfície das cerâmicas In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera, quando comparado com o grupo controle. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico e jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm aumentou as irregularidades de superfície das cerâmicas IPS Empress, IPS Empress II e Cergogold. Tratamento semelhante não modificou a microestrutura morfológica das cerâmicas In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera.

Em 2003, Janda et al., avaliaram o efeito de uma nova tecnologia para tratamento de superfície de materiais cerâmicos na resistência de união com o cimento resinoso. Espécimes retangulares com as dimensões de (20 ± 1) mm x (10 ± 1) mm x $(2\pm0,5)$ mm das cerâmicas Empress II (Ivoclar/Vivadent) (grupo controle), In Ceram - Alumina (VITA), In Ceram - Zircônio (VITA) e Frialit (Degussit Frialit) foram confeccionados de acordo com as recomendações dos fabricantes. As superfícies de união foram regularizadas através de desgaste com lixas abrasivas de granulação 400 sob refrigeração, polidas com lixas de granulação 800 e secas com ar. Os espécimes foram divididos em três grupos com 10 espécimes cada e submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: grupo 1 – tratamento por calor com uma chama que contém uma mistura de gás butano e um silano com auxílio de uma pequena caneta portátil PyrosilPen (Sur A Instruments, Jena, Germany) por $2,5 \text{ s/cm}^2$; grupo 2 – 5 s/cm^2 e grupo 3 – 10 s/cm^2 . Após o tratamento por calor os espécimes foram esfriados a temperatura ambiente por 3 min e uma solução de silano SurAlink foi aplicada. Uma resina de baixa viscosidade Heliobond (Ivoclar/Vivadent) e um cimento resinoso dual Variolink II (Ivoclar/Vivadent) foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Espécimes foram fotopolimerizados,

armazenados por 24 horas livres de umidade e termociclados antes do teste de resistência de união ao cisalhamento. As superfícies de união dos espécimes do grupo controle (Empress II) foram condicionadas com ácido fluorídrico por 60 s, seguidas da aplicação do silano Monobond S (Ivoclar/Vivadent) e cimento resinoso dual Variolink II (Ivoclar/Vivadent). Os valores de resistência de união ao cisalhamento indicaram que o tempo de tratamento por calor mais efetivo foi de 5 s/cm². Os autores concluíram que a tecnologia do PyrosilPen é um método fácil e efetivo para tratamento de superfície de cerâmicas de silicato, óxido de alumínio e óxido de zircônio, porém, parece ser recomendável o jateamento com óxido de alumínio da superfície de união antes do tratamento por calor com esta nova tecnologia, sendo que os autores sugerem maior investigação.

Nagai et al., em 2004, avaliaram o efeito de diferentes preparos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre a cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 (Ivoclar) e agentes cimentantes. Foram confeccionados discos de cerâmica IPS Empress 2 (E2) com 5 mm x 2 mm e 6 mm x 3 mm. As superfícies de união foram regularizadas através de desgaste com lixas de papel abrasivo. Os seguintes preparos de superfície foram investigados: grupo 1 - condicionamento com ácido fosfórico (PP),

grupo 2 - jateamento com óxido de alumínio 50 µm (AA), grupo 3 - condicionamento com ácido fluorídrico (HF), grupo 4 - aplicação do silano após PP (PPS) e grupo 5 - aplicação do silano após HF (HFS). Cinco materiais de fixação Variolink II (Ivoclar Vivadent, VA2), Panavia F (Kuraray, PAF), Super-Bond C & B (Sun Medical, SCB), M-Bond (Tokuyama, MUB) e Fuji (GC, FUL) foram usados como agentes de cimentação. Os espécimes foram unidos, aos pares, armazenados em água a 37°C e submetidos ao teste de resistência de união ao cisalhamento. Os autores concluíram que a aplicação do silano foi efetiva e o grupo que recebeu o condicionamento com ácido fluorídrico e seguido da aplicação do silano mostrou maior resistência média de união ao cisalhamento para todos os agentes cimentantes.

Em 2004, Castellon et al. compararam a resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos unidos a diferentes materiais cerâmicos. Cilindros de compósito foram unidos as cerâmicas feldspáticas (Willceram, Ivoclar; grupo WIL) e (IPS Empress I, Ivoclar; grupo EMP) e a cerâmica aluminizada (Procera AllCeram, Nobelbiocare; grupo PRO) com os seguintes cimentos resinosos: RelyX Unicem (3M/ESPE; grupo UNI), Panavia F (Kuraray; grupo PAN) e RelyX ARC (3M/ESPE; grupo ARC). Os tratamentos superficiais incluíram condicionamento com ácido

fluorídrico para cerâmicas feldspáticas e jateamento para cerâmica aluminizada. Os agentes de silanização foram utilizados de acordo com as recomendações do fabricante, exceto para o cimento resinoso RelyX Unicem, onde não foi aplicado o agente de silanização. Após a união, os valores de resistência de união foram determinados com auxílio de uma máquina de ensaio universal (Instron) e os modos de fratura visualizados através de microscópio óptico comum. Os resultados foram: PRO-UNI 12,8 MPa, PRO-PAN 20,8 MPa e PRO-ARC 16,8 MPa exibindo modos de fratura adesiva, principalmente. Os modos de fratura dos grupos WIL e EMP foram 100% na cerâmica e os valores médios de resistência de união foram: WIL-UNI 15,5 MPa, WIL-PAN 18,5 MPa, WIL-ARC 22,1 MPa, EMP-UNI 10,9 MPa, EMP-PAN 20,0 MPa e EMP-ARC 26,4 MPa. Os autores concluíram que a força de união e os modos de fratura variaram significativamente entre os materiais cerâmicos e os cimentos resinosos.

Proposição

Proposição

Foram objetivos principais deste estudo:

- 1- avaliar a resistência de união entre a cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 e o agente cimentante, segundo tempo de condicionamento ácido;
- 2- avaliar os modos de fratura entre a cerâmica e o agente cimentante e
- 3- avaliar o efeito de diferentes tempos de condicionamento ácido na superfície cerâmica por meio de microscopia eletrônica de varredura.
- 4- avaliar a reprodutibilidade diagnóstica da fratura.

Material e método

Material e método

Foram utilizados, para o presente estudo, os seguintes materiais: A) Cerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent-Schaan/Liechtenstein - lote E58230), B) Sistema adesivo Excite DSC 2 (Ivoclar Vivadent-Schaan/Liechtenstein - lote F51940), C) Cimento adesivo resinoso Variolink II (Ivoclar Vivadent-Schaan/Liechtenstein - lote F51352), D) Agente de silanização Monobond-S (Ivoclar Vivadent-Schaan/Liechtenstein - lote F50602), E) Ácido fluorídrico 10% (Dentsply, Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil) e F) Óxido de alumínio a 100µm (Pasom, Ind. e Com. de Materiais Odontológicos Ltda., SP, Brasil). A descrição da composição desses materiais está apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição dos materiais

NOME COMERCIAL	COMPOSIÇÃO
IPS Empress 2	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , La ₂ O ₃ , MgO ZnO, K ₂ O, Li ₂ O, P ₂ O ₅
Excite DSC	HEMA, dimetacrilato, acrilato de ácido fosfônico, dióxido de silício
Variolink II	Bis-GMA, dimetacrilato de uretano, trietilenoglicoldimetacrilato, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio, óxidos mistos esferoidais.
Monobond-S	3-Metacriloxipropil- trimetoxisilano, solução de água/etanol com ácido acético
Ácido fluorídrico 10%	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Óxido de alumínio	Óxido de alumínio 100µm

1 Confeção dos discos de cerâmica IPS Empress II

Foram confeccionados 5 pares de discos de cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2. Inicialmente, cera tipo II (Thowax-Alemanha) foi liquefeita (Brendet, Tipo 55 – Senden, Alemanha) e vertida no interior de uma matriz de silicona (Figura 1b), previamente confeccionada a partir de uma réplica do disco de cerâmica em latão (Figura 1a), para obtenção dos padrões de cera (Figura 1c). Dois condutos de alimentação com 3 mm de diâmetro x 6 mm de comprimento foram unidos na face externa do padrão de cera (Figura 1d). Em seguida, esse formador do conduto de alimentação foi fixado no cilindro plástico com 12,2 mm de diâmetro x 30 mm de altura de modo que o padrão de cera fosse posicionado no cilindro plástico com uma inclinação de 60° em relação ao plano horizontal. Posteriormente, o conjunto formador de conduto e cilindro plástico foi fixado numa base plástica plana formadora de cadinho, com 50 mm de diâmetro interno x 56 mm de diâmetro externo x 20 mm de altura (Figura 1e). Um tubo confeccionado com papel especial para reter o revestimento IPS Empress 2 foi posicionado na base (Figura 1f). O padrão de cera foi incluído com revestimento à base de fosfato IPS Empress 2 Speed (Ivoclar/Vivadent) (Figura 1g), na proporção de 100 g de pó, 16 ml de líquido (Ivoclar/Vivadent) e 11 ml de água destilada, espatulados

mecanicamente a vácuo por 2 min num espatulador multivac 4 (Degussa Co., Alemanha). Uma base plástica (50 mm de diâmetro interno x 56 mm de diâmetro externo x 20 mm de altura) foi posicionada na parte superior para formar uma superfície plana necessária para o preenchimento do padrão de cera. Após a presa do revestimento, o tubo de papel, o formador do conduto e as bases foram removidos. Em seguida, foi confeccionado o disco de cerâmica, segundo os seguintes procedimentos sequenciais:

- 1- O bloco de revestimento foi levado ao forno elétrico (7000-5P, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos) pré-aquecido a 850°C e mantido por 90 min para eliminação da cera e expansão do revestimento (Figura 1h);
- 2- O bloco de revestimento foi removido do forno e imediatamente um lingote de cerâmica IPS Empress 2 (cor 400) foi posicionado no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levados ao forno EP 500 (Ivoclar) e mantidos por 20 min a temperatura de 920°C. Decorrido este tempo, foi aplicada uma pressão de 5 bar por 15 min (Figura 1i).
- 3- Após o bloco de revestimento atingir a temperatura ambiente, o êmbolo de óxido de alumínio foi removido e, com auxílio de um disco de cabeto de silício, o bloco de revestimento foi cortado ao meio (Figura 1j). Em seguida, os discos de cerâmica foram desincluídos utilizando um aparelho (Multjet III – (Degussa))

com partículas de vidro de $50\mu\text{m}$ de diâmetro usando uma pressão de 4 bar para remoção bruta do revestimento, e de 2 bar para remoção do revestimento próximo dos discos (Figura 1l). A seguir, os discos foram limpos em ultra-som com agente de limpeza Invex (Ivoclar/Vivadent)) por 10 min, seguido de lavagem em água corrente, secos com jato de ar e jateados com óxido de alumínio $100\mu\text{m}$ com pressão de 1 bar. Posteriormente, o conduto de alimentação foi removido com disco de diamante e região do conduto foi submetida ao acabamento com uma broca cilíndrica de diamante (Figura 1m).



FIGURA 1a – Réplica de latão. FIGURA 1b – Matriz de silicone. FIGURA 1c – Padrão de cera.



FIGURA 1d – Conduto fixado. FIGURA 1e – Conjunto padrão/ cilindro/base plástica. FIGURA 1f – Tubo posicionado.

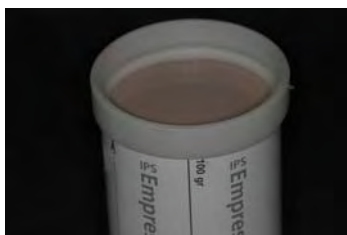


FIGURA 1g – Inclusão.



FIGURA 1h – Eliminação da cera.



FIGURA 1i – Forno de injeção.

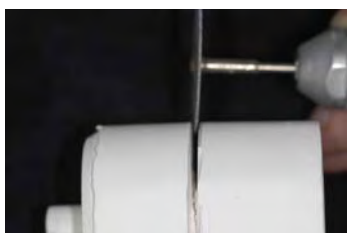


FIGURA 1j–Corte do revestimento.



FIGURA 1l–Desinclusão do disco.



FIGURA 1m–Disco confeccionado.

2 Regularização das superfícies dos discos de cerâmica

Os discos de cerâmica foram adaptados a um cilindro plástico, especialmente confeccionado, medindo 20mm de diâmetro externo, por 20mm de altura. O cilindro continha um orifício central de 7mm de profundidade e diâmetro ligeiramente maior que o diâmetro do disco.

Em seguida, com auxílio de uma Politriz Horizontal (Motopol/2000-BUEHLER Ltda. Lake Bluff, IL, EUA) (Figura 2a), as superfícies de adesão das amostras foram regularizadas, através de desgaste, com lixas de papel abrasivo (3M) de granulação seqüencial 240, 320, 400 e 600, respectivamente, sob refrigeração. Esta politriz possui um disco giratório onde são adaptadas as lixas

seqüenciais. Os discos embutidos no cilindro plástico foram fixados no aparelho, em uma plataforma móvel e regulável, situada acima do disco giratório (Figura 2b). Ao ser acionado pelo motor, a plataforma móvel contendo as amostras, girando em menor velocidade e com pressão constante, entra em contato com o disco giratório contendo a lixa. Em cada regularização foram utilizadas lixas novas. Esse procedimento foi realizado em apenas um dos lados de cada disco.

Em seguida, os discos foram removidos e limpos em aparelho de ultra-som com água destilada durante 10 min e divididos em 5 grupos conforme o tratamento a ser realizado na superfície. Finalizado o processo de regularização das superfícies, os discos foram armazenados em estufa a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, por um período de 24 h.



FIGURA 2a - Politriz Horizontal.

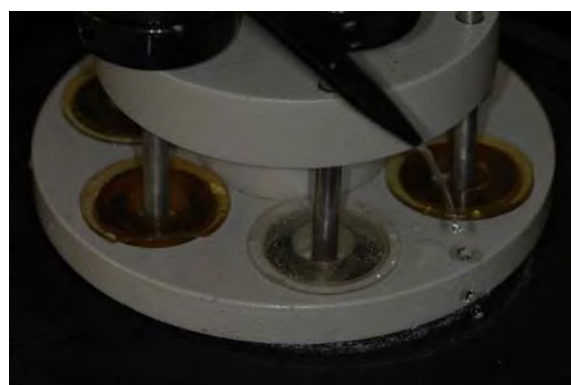


FIGURA 2b – Plataforma móvel e giratória

3 Preparo das superfícies dos discos de cerâmica

3.1 Jateamento com óxido de alumínio

Inicialmente, as superfícies de todos os discos foram preparadas através de jateamento com óxido de alumínio com granulação de 100µm, durante 5s, utilizando-se um aparelho Microjet III (Degussa) regulado à pressão de 2 bar, com inclinação de 45⁰, seguido de limpeza em aparelho de ultra- som com água destilada durante 10 min.

Em seguida, os pares de cilindros de cerâmica foram divididos aleatoriamente em 5 grupos, conforme o tratamento de superfície empregado.

3.2 Aplicação do sistema adesivo e cimento resinoso dual.

As superfícies das amostras receberam tratamento, de acordo com a proposta do presente estudo e o resumo está apresentado no Quadro 1, a seguir. As técnicas de aplicação dos materiais foram realizadas de acordo com as recomendações do fabricante.

Quadro 1 - Tratamentos das superfícies dos discos de cerâmica

Grupo	Agente de cimentação	Tratamento	Silano
1	Excite DSC e Variolink II	Jateamento 100 μ m, 5s	Sim
2	Excite DSC e Variolink II	Jateamento 100 μ m, 5s Ácido fluorídrico 10%, 20s	Sim
3	Excite DSC e Variolink II	Jateamento 100 μ m, 5s Ácido fluorídrico 10%, 40s	Sim
4	Excite DSC e Variolink II	Jateamento 100 μ m, 5s Ácido fluorídrico 10%, 60s	Sim
5	Excite DSC e Variolink II	Jateamento 100 μ m, 5s Ácido fluorídrico 10%, 2 min	Sim

Os tratamentos de superfície dos discos de cerâmica e o procedimento de união estão descritos a seguir:

Grupo 1 - Jateamento da superfície da cerâmica com óxido de alumínio 100 μ m, aplicação do agente de Silanização Monobond-S durante 60 s, e seco com leve jato de ar durante 5 s, seguido da aplicação do adesivo Excite DSC seguido de leve jato de ar por 5 s e fotoativação por 20 s. Posteriormente, o cimento resinoso Variolink II foi manipulado de acordo com as instruções do fabricante e aplicado sobre a superfície da cerâmica. Após a aplicação do cimento resinoso, os discos de cerâmica foram unidos

aos pares, com uma força de compressão de 500 g (Figura 3a), mantida durante 1 min com auxílio de um delineador adaptado. Após a remoção dos excessos com um pincel, o cimento resinoso foi fotoativado, posicionando o aparelho fotopolimerizador em quatro direções opostas, por 40 s cada lado do cilindro.

Grupo 2- Jateamento da superfície da cerâmica com óxido de alumínio 100µm, condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 20 s, sendo então lavada em água pelo tempo de 1 min e secas com jatos de ar durante 30 s, aplicação do agente de silanização Monobond-S, seguido da aplicação do adesivo Excite DSC e do procedimento de união como descrito para o grupo 1.

Grupo 3 - Jateamento da superfície da cerâmica com óxido de alumínio 100µm, condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 40 s, aplicação do agente de silanização Monobond-S, seguido da aplicação do adesivo Excite DSC e do procedimento de união como descrito para o grupo 1.

Grupo 4 - Jateamento da superfície da cerâmica com óxido de alumínio 100µm, condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 60 s, aplicação do agente de silanização Monobond-S, seguido da aplicação do adesivo Excite DSC e do procedimento de união como descrito para o grupo 1.

Grupo 5 - Jateamento da superfície da cerâmica com óxido de alumínio 100µm, condicionamento com ácido fluorídrico a

10% por 2 min, aplicação do agente de silanização Monobond-S, seguido da aplicação do adesivo Excite DSC e do procedimento de união como descrito para o grupo 1.

Finalizando o processo de cimentação dos discos de cerâmica, as amostras foram armazenadas em água destilada, em estufa a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, por um período de 48 h.



FIGURA 3a – Técnica de cimentação dos discos de cerâmica.

4 Obtenção dos espécimes para o teste de Micro-Tração

As amostras foram fixadas em um suporte de madeira com auxílio de godiva de baixa fusão (Exata, DFL Indústria e Comércio Ltda, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), para serem adaptadas à máquina de cortes seriados ISOMET 1000 (BUEHLER Ltda. Lake Bluff, IL, EUA). Com auxílio de um disco de diamante série 15LC

(4“Dia.x0,012” – 10,2cmx0,3mm, nº11-4254), em constante irrigação, foram realizados cortes seriados paralelos ao longo eixo de cada amostra, com espessura de $1,0\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$, nos sentidos frontal e sagital tomando o cuidado para não separar totalmente as “fatias” da base fixada com godiva (Figura 4a).

No final, a base da amostra foi seccionada perpendicularmente ao longo eixo, obtendo-se vários espécimes em forma de “palito”, com secção transversal de $1,0\text{ mm}^2 \pm 0,1\text{ mm}^2$ de espessura (Figura 4b).

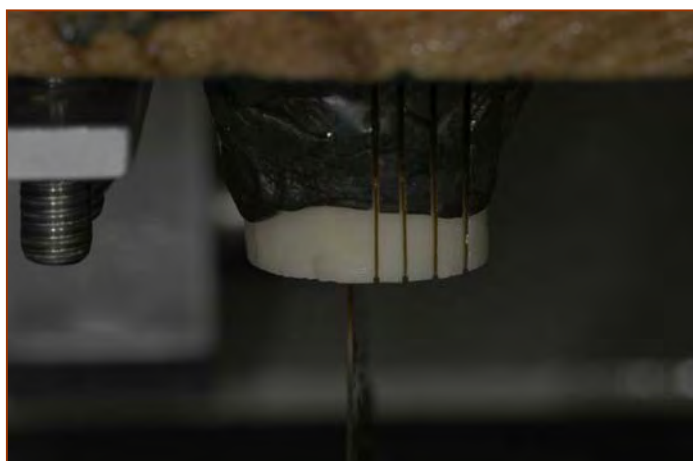


FIGURA 4a – Amostra adaptada a máquina de cortes seriados.

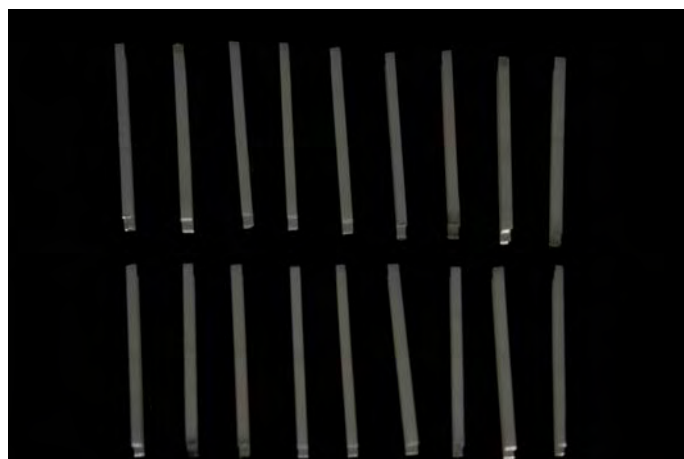


FIGURA 4b – Aspecto do espécime em forma de “palito”.

Os espécimes em forma de “palito” foram individualmente afixados pelas suas extremidades ao dispositivo de Micro-Tração (Figura 4c), com um adesivo instantâneo, de modo a posicionar a área de adesão perpendicular ao longo eixo da força de tração (Figura 9). Os testes foram realizados com uma velocidade do atuador de 0,5 mm/min, utilizando-se uma Máquina de Ensaio Universal MTS (Material Testing System 810 - MTS Systems Corporation – Minneapolis – Minnesota – EUA), com adaptação de uma célula de carga de 1KN (Load Transducer modelo 66118 D-01) e um programa computadorizado acoplado ao sistema (TestWorks – sistema TestStar 2 – MTS Systems Corporation – Minneapolis – Minnesota – EUA). No momento da fratura (Figura 4d), o movimento foi imediatamente cessado e os dados coletados para posterior análise.

Após o teste, as duas porções fraturadas foram removidas e a área transversal correspondente à fratura foi medida, utilizando-se um paquímetro de leitura eletrônica, com precisão de 0,01 mm. O valor da área foi transformado em cm^2 e o valor da carga em Kgf. Os valores foram transformados e expressos em MPa.



FIGURAS 4c e 4d – Aspecto dos espécimes antes e após o Teste de Micro-tração.

5 Análise dos modos de fratura por Microscopia Óptica

Os modos de fratura da interface adesiva foram avaliados em microscopia óptica com 40X de aumento com auxílio de uma Lupa Estereoscópica Carl Zeiss (Carl Zeiss do Brasil). Os modos de fratura foram classificados em tipos: A) Adesiva - rompimento da união na interface Cerâmica/cimento adesivo resinoso sem fratura da amostra da Cerâmica; B) Coesiva - fratura da amostra da Cerâmica sem rompimento da união na interface Cerâmica/cimento adesivo resinoso; e C) Mista – coesiva na Cerâmica e adesiva na interface.

6 Análise do aspecto morfológico da superfície da Cerâmica por Microscopia Eletrônica de Varredura

Foram confeccionadas seis amostras adicionais da Cerâmica IPS Empress 2 (Ivistar/Vivadent) e divididas aleatoriamente em seis grupos. No grupo 1, a superfície da amostra sofreu apenas acabamento com lixas de papel abrasivo (3M) de granulação seqüencial 280, 320, 500 e 600, respectivamente; no grupo 2, jateamento com óxido de alumínio 100 μ m; no grupo 3, jateamento e condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 20 s; no grupo 4, jateamento e condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 40 s; no grupo 5, jateamento e condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 60 s; e no grupo 6, jateamento e condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 2 min. Após os tratamentos, as amostras foram armazenadas no dessecador por um período de 12 h, revestidas com liga de ouro-paládio sob vácuo, com auxílio de uma máquina metalizadora (Bal-Tec SCD 050) e, em seguida, observados no Microscópio Eletrônico de Varredura (Modelo JSM T330A, JEOL Co, Tokyo, Japão), em aumento de 1000 e 3500 vezes.

7 Planejamento estatístico

7.1 Resistência de união cerâmica agente-cimentante

Por ter sido avaliada por micro-tração, dado o caráter destrutivo de obtenção das medições, foi feita, inicialmente, análise

exploratória dos dados, calculando-se os coeficientes de variação, respectivamente aos grupos analisados.

Aos resultados de resistência de união, aplicou-se análise paramétrica, após ter sido verificada homocedasticidade, pelo teste proposto por Cochran. Assim, procedeu-se à análise de variância a um critério fixo, referente a *grupo* (G_1 , G_2 , G_3 , G_4 e G_5).

Como foi verificada variabilidade significativa, os contrastes entre estes grupos foram realizados pelo teste de Tukey, estabelecendo-se a diferença mínima significativa (dms).

O nível de significância adotado foi de 5% para a tomada de decisão.

Foi utilizado o “software” STATA 8.0 para realização da análise de dados.

.

7.2 Modos de fratura

A fratura foi classificada segundo as categorias: adesiva, coesiva ou mista.

Inicialmente, foi verificada a reprodutibilidade diagnóstica do tipo de falha presente, verificando-se a concordância intra-examinador, quando foram feitas duas classificações, pelo mesmo examinador (autor da pesquisa), num intervalo de uma

semana, aplicando-se a estatística kappa (κ) segundo Light (1971), e sua classificação segundo os padrões de Landis e Koch (1977).

Os tipos de falha foram apresentados graficamente segundo sua ocorrência por grupo.

Resultado

Resultado

1 Ensaio de resistência de união

Os valores de resistência de união à micro-tração estão expressos no Quadro 2 a seguir:

Quadro 2 - Valores de resistência de união à Micro-Tração (MPa) segundo grupo (G_1 = sem condicionamento; G_2 = 20 s de condicionamento; G_3 = 40 s de condicionamento; G_4 = 60 s de condicionamento e G_5 = 2 min de condicionamento. FOAr/UNESP, 2004.

Réplicas	G_1	G_2	G_3	G_4	G_5
1	32,60	39,14	42,82	47,31	44,65
2	27,82	34,40	36,15	42,27	41,30
3	29,75	35,22	42,79	37,06	49,69
4	28,71	35,27	31,33	47,90	43,42
5	35,43	37,23	39,43	42,78	42,65
6	27,35	29,06	43,23	45,97	39,25
7	33,81	41,01	39,11	45,71	51,31
8	31,83	34,74	41,07	38,36	37,81
9	33,25	38,00	33,21	34,77	42,04
10	31,90	40,21	42,64	35,99	35,47
11	28,23	36,44	37,88	47,29	47,41
12	29,16	33,35	31,08	37,56	49,33
13	28,30	36,60	42,24	44,29	44,40
14	29,43	37,65	43,77	34,04	35,22
15	29,92	37,59	45,72	46,44	38,37
16	30,91	34,57	32,32	46,21	39,45
17	37,93	36,57	31,33	34,04	39,56
18	28,10	33,08	39,11	44,11	44,60
19	29,67	37,72	42,41	40,93	36,73
20	30,18	36,09	36,80	35,63	48,01
Média	30,209	36,197	38,722	41,433	42,53
Desvio-padrão	2,262	2,691	4,734	5,006	4,860
Coefficiente de variação (%)	7,49	7,43	12,23	12,08	11,43

O coeficiente de variação permitiu verificar que a dispersão dos dados, relativamente à média, foi pequena, variando entre 7,43% e 12,23%.

Aos dados constantes do Quadro 2, verificou-se a condição de homocedasticidade (variabilidades iguais) a um nível de 5%, obtendo-se $C_0=0,330$. Assim, pode-se se prosseguir com a análise de variância (Tabela 2), a um critério fixo, referente a grupo:

Tabela 2 – Análise de variância referente aos dados do Quadro 2.

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Quadrados médios	F_0	$p>F$
Entre grupos	4	1932,918	483,229	28,95	0,000*
Dentro dos grupos	95	1585,601	16,690		
Total	99	3518,519			

* significativo

Observa-se variabilidade significativa, ou seja, pelo menos um grupo apresentou comportamento distinto dos demais quanto à resistência de união à micro-tração.

A comparação dos grupos, dois a dois, foi feita aplicando-se o teste de Tukey, para estabelecimento da diferença mínima significativa (Tabela 3).

Tabela 3 – Média e desvio-padrão da resistência de união à micro-tração segundo grupo e valor da diferença mínima significativa (dms).

Grupo	Média	Desvio-padrão	dms
G ₁	30,209 ^a	0,91	3,59
G ₂	36,197 ^b		
G ₃	38,722 ^{b,c}		
G ₄	41,433 ^{c,d}		
G ₅	42,533 ^d		

Pelo exposto, verifica-se que o grupo G₁ apresentou menor resistência de união à micro-tração do que os demais grupos. O grupo G₃ teve comportamento semelhante a G₂ e G₄, porém estes dois últimos foram diferentes entre si. Os grupos G₄ e G₅ promoveram resistências médias semelhantes. O Gráfico 1 a seguir permite ilustrar esta ocorrência.

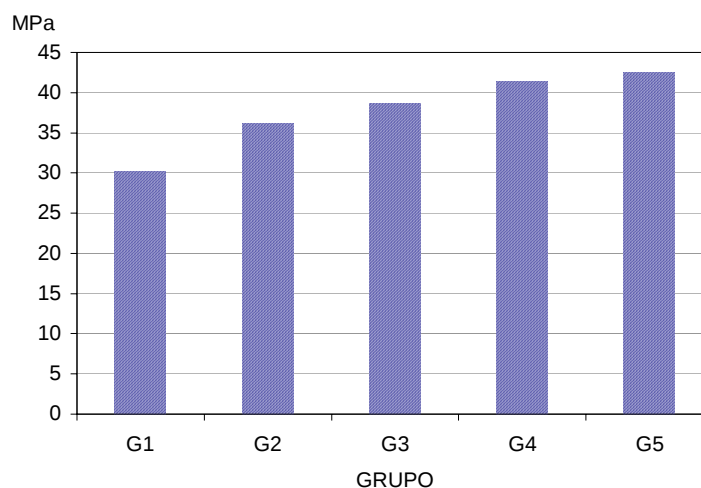


GRÁFICO 1 – Resistências médias de união (MPa) segundo grupo (G1, G2, G3, G4 e G5). FOAr, 2004.

2 Análise dos modos de fratura por Microscopia Óptica

Inicialmente, procurou-se verificar a reprodutibilidade do diagnóstico da falha, quando feito em duas ocasiões distintas, tendo sido observado:

Tabela 4. Tipo de falha (A: adesiva; B: coesiva; C: mista) segundo classificação em duas ocasiões distintas. FOAr/ UNESP, 2004.

1 ^a / 2 ^a	A	B	C	Total
A	78	2	-	80
B	1	9	5	15
C	3	-	2	5
Total	82	11	7	100

$$p_o = 0,89; p_e = 0,68; \kappa = 0,66; s = 0,079$$

Para o valor obtido de kappa (κ), concluiu-se que a reprodutibilidade intra-examinador foi boa, segundo os padrões de Landis e Koch (1977).

O intervalo de 95% de confiança permitiu se alcançar uma concordância intra-examinador de 0,81 ($0,51 < \kappa < 0,81$), o que caracteriza excelente nível de concordância.

Respeitada a reprodutibilidade intra-examinador, o tipo de falha segundo grupo consta do Gráfico 2 a seguir:

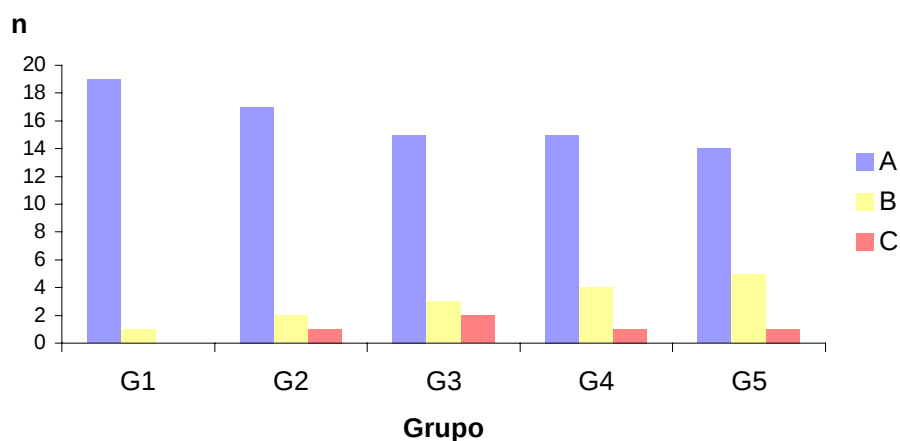


GRÁFICO 2 – Tipo de falha (A: adesiva; B: coesiva; C: mista) segundo grupo. FOAr, 2004.

Observou-se que, em todos os grupos, predominou o tipo de falha A. Por outro lado, apenas para o grupo G₁ não foram observadas falhas do tipo C.

3 Análise do aspecto morfológico da superfície da Cerâmica por Microscopia Eletrônica de Varredura

As fotomicrografias das Figuras 5 a 10 ilustram o aspecto morfológico das superfícies das amostras da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress II, após os respectivos tratamentos, com 3500 vezes de aumento.

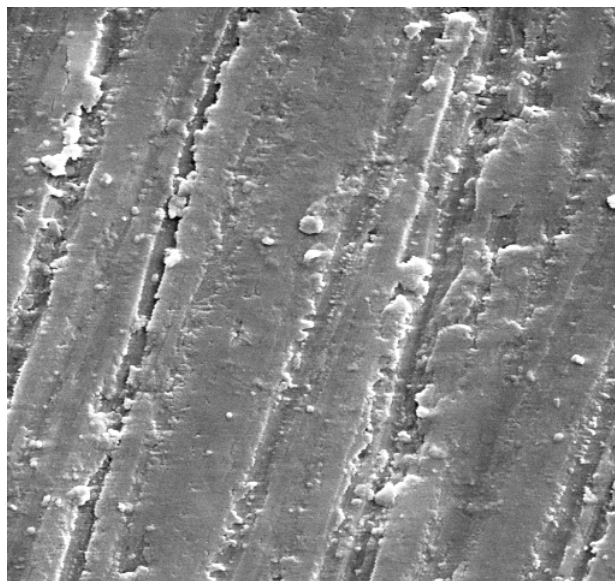


FIGURA 5 – Aspecto morfológico da superfície da amostra da Cerâmica IPS Empress II acabada com lixas abrasivas (x3500).

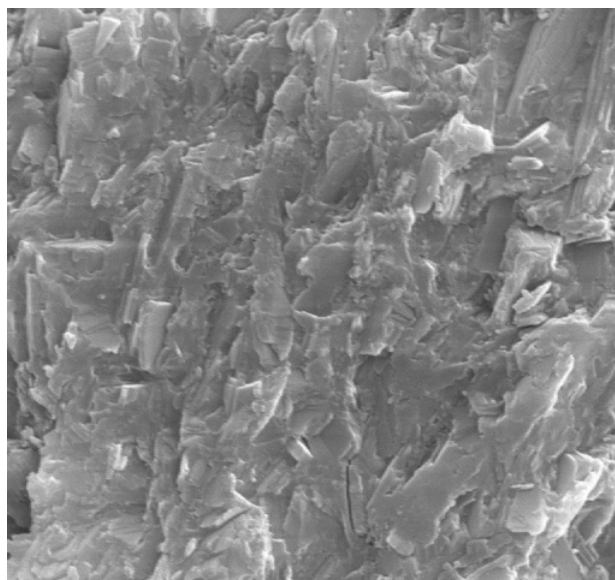


FIGURA 6 – Aspecto morfológico da superfície da amostra da Cerâmica IPS Empress II após jateamento com óxido de alumínio durante 5 s (x3500).

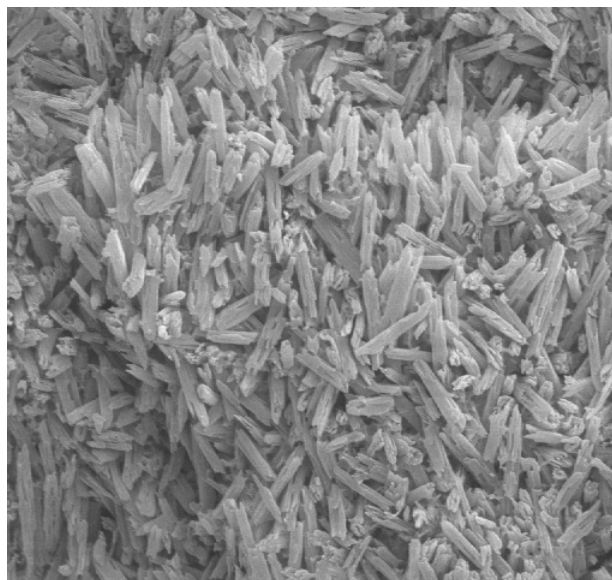


FIGURA 7 – Aspecto morfológico da superfície da amostra da Cerâmica IPS Empress II jateada e condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 20 s (x3500).

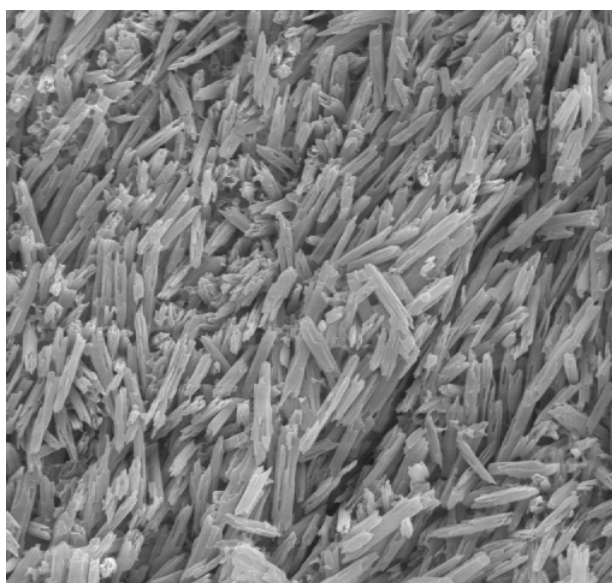


FIGURA 8 – Aspecto morfológico da superfície da amostra da Cerâmica IPS Empress II jateada e condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 40 s (x3500).

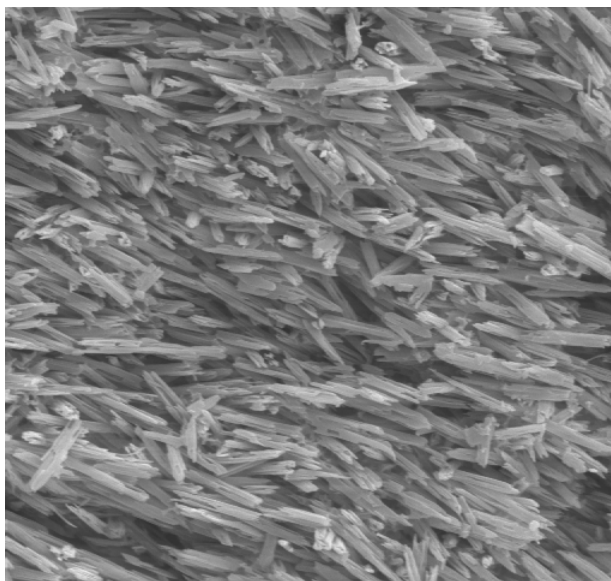


FIGURA 9 – Aspecto morfológico da superfície da amostra da Cerâmica IPS Empress II jateada e condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 60 s (x3500).

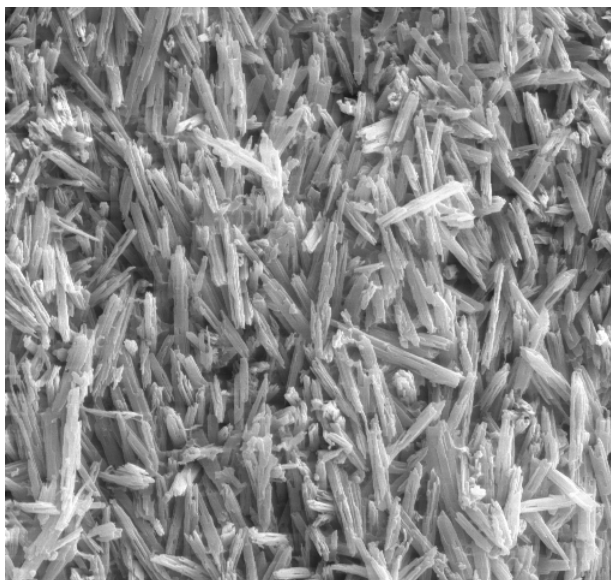


FIGURA 10 – Aspecto morfológico da superfície da amostra da Cerâmica IPS Empress II jateada e condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 2 min (x3500).

Discussão

Discussão

O desenvolvimento de novos materiais cerâmicos tem contribuído para um aumento no interesse da odontologia estética. A translucidez, o menor desgaste dental, a não toxicidade da cerâmica e a qualidade estética dos materiais totalmente cerâmicos, são as razões para a utilização cada vez maior destas restaurações, quando comparadas às coroas metalo- cerâmicas (BORGES, 2003).

McLean e Hughes (1965) introduziram uma cerâmica dental onde cristais de alumina foram utilizados como reforço da fase vítrea. A estética destas coroas puras aluminizadas se apresentava melhor que as coroas metalo-cerâmicas, porém sua resistência ainda se mostrava inadequada para os dentes posteriores. Para melhorar esta limitação, houve a necessidade de se adicionar grande quantidade de material cristalino, o que as tornava mais opacas e, portanto, menos estéticas (McLEAN, 1988).

Com o objetivo de aliar resistência e estética, vários outros sistemas de cerâmicas livres de metal foram desenvolvidos nas ultimas décadas, entre eles, o Sistema IPS Empress (Ivoclar) em 1983. Este sistema é composto basicamente por uma cerâmica vítrea com 35% em volume de leucita, com resistência flexural de 112 MPa. Neste sistema, padrões de cera são incluídos em revestimento

apropriado e a cerâmica fundida é injetada dentro do molde através de pressão, sendo indicada para confecção de inlays, onlays e facetas laminadas (Holand et al., 2000). Com o objetivo de estender a indicação para coroas totais e próteses de três elementos, o sistema passou por um processo de evolução e o Sistema IPS Empress 2 foi, então, desenvolvido.

Este sistema consiste de uma cerâmica vítrea para confecção de infra-estrutura, contendo mais de 60% em volume de cristais de di-silicato de lítio, densamente dispostos e unidos à matriz vítrea, com resistência à flexão superior a 300 MPa. Este sistema utiliza a técnica de cera perdida na confecção da infra-estrutura, procedimento de uso rotineiro e simples para os técnicos de laboratório de prótese. O enceramento é realizado no modelo mestre, conseguindo-se assim, reproduzir formas de retenção e resistência, bem como o aspecto rugoso do preparo cavitário. O padrão de cera é incluído em revestimento e as pastilhas de cerâmica com alto conteúdo de di-silicato de lítio, são fundidas e injetadas. Em seguida, a cerâmica de cobertura com cristais de flúor apatita é aplicada diretamente sobre a infra-estrutura utilizando-se a técnica convencional de estratificação e sinterização (HOLAND et al., 2000).

A constante evolução dos sistemas cerâmicos livres de metal leva ao desconhecimento da maioria dos profissionais em

relação à composição da estrutura de cada sistema, indicações, contra indicações, bem como o tratamento da superfície interna das restaurações para realização da cimentação adesiva.

O procedimento de união dos sistemas cerâmicos à estrutura dental é um fator importante para a longevidade dessas restaurações e, dependendo do material empregado, a cimentação pode ser realizada pela técnica adesiva ou convencional.

A retenção das restaurações inlays, onlays, facetas laminadas ou coroas ocas de porcelana é dependente quase que exclusivamente da união química mecânica ao agente de cimentação adesivo. Portanto, um dos fatores para o sucesso de uma restauração de porcelana pura reside na efetividade de união à porcelana (SORENSEN et al., 1991; OZDEN et al., 1994; CHEN et al., 1998a; SATO et al., 1999; DELLA BONA et al., 2001).

Na estrutura dental, a técnica de fixação adesiva foi inicialmente desenvolvida em 1955 com a técnica do condicionamento ácido e a consagração desta adesão com o selamento dentinário obtido pela aplicação de sistemas adesivos e a formação da camada híbrida (BUONOCORE, 1955; FUSAYAMA et al., 1979).

De maneira similar, a superfície interna de restaurações cerâmicas deve ser susceptível a tratamentos de superfície, com o objetivo de promover retenções mecânicas, para

que os agentes resinosos tenham a mesma efetividade que na estrutura dentária (SIMONSEM e CALAMIA, 1983).

A união entre a porcelana e o dente envolve três tipos diferentes de estruturas: a estrutura dental, o cimento resinoso e a porcelana e duas interfaces referentes a estrutura dental/cimento resinoso e cimento resinoso/porcelana (ROULET et al., 1995). Esta região é responsável pela resistência adesiva das restaurações puras de porcelana e, ao mesmo tempo, recebe impactos das forças mastigatórias, além de sofrer as variações de temperatura da cavidade bucal e com processos de infiltração e absorção de água. Dois tipos de falhas podem ocorrer, a falha adesiva e/ou coesiva. A adesiva é caracterizada pela separação de algumas das interfaces e a coesiva diz respeito a fratura de algumas das três estruturas mencionadas. O tipo de falha está intimamente ligado à resistência adesiva, quanto mais forte ela for, maior a tendência de ocorrer falhas do tipo coesiva e se a resistência adesiva for fraca, a ocorrência das falhas adesivas prevalece (FOXTON et al., 2002).

Em relação às cerâmicas feldspáticas à base de SiO_2 , condicionamento com ácido fluorídrico seguido da aplicação de um agente de silanização são uma conduta comum e um procedimento clinicamente comprovado. A superfície da cerâmica condicionada pode interagir micromecanicamente e quimicamente com o agente de cimentação (JANDA et al., 2003).

Os adesivos e os agentes silanizadores são aplicados na superfície da cerâmica tratada e sua penetração e polimerização é responsável pela adesão do agente cimentante à cerâmica (BORGES et al., 2003).

O emprego do jato de óxido de alumínio, do condicionamento com ácido fluorídrico e da silanização tornaram-se métodos padrões no sentido de reforçar a interface cimento/cerâmica nos processos de cimentação de restaurações confeccionadas com porcelanas feldspáticas (SIMONSEN e CALAMIA, 1983).

O jateamento com óxido de alumínio deve ser utilizado para criar microrretenções e limpeza da superfície da cerâmica. O condicionamento com ácido hidrofluorídrico cria rugosidades pela dissolução da matriz vítrea, favorecendo a retenção (ROULET et al., 1995).

A menor média de resistência de união à micro - tração foi obtida quando o agente cimentante foi aplicado sobre a superfície da cerâmica que recebeu apenas tratamento com jato de óxido de alumínio a 100 μ m durante 5 s. A Figura 6 evidencia a topografia de superfície da cerâmica IPS Empress 2 após jateamento com óxido de alumínio revelando um padrão de irregularidade que propicia superfície retentiva como a obtida na superfície que recebeu condicionamento ácido adicional.

O condicionamento da superfície da cerâmica IPS Empress 2 com ácido fluorídrico a 10% por 20 s, além de limpar a superfície da cerâmica, altera de forma significativa a morfologia superficial removendo a matriz vítrea e expondo os cristais de dissilicato de lítio, formando uma superfície irregular (SPORHR, 2001).

De acordo com as ilustrações das Figuras 7 a 10, o condicionamento seguido do condicionamento com ácido fluorídrico a 10%, nos tempos de 20, 40, 60 e 120 s, promoveu uma alteração morfológica da superfície, determinando um aspecto retentivo superficial o que favoreceu aumento gradativo nas médias de resistência de união nos diferentes tempos de condicionamento ácido. O Gráfico 1 permite visualizar o aumento das médias de resistência de união nos diferentes tratamentos de superfície empregados.

Holand et al. (2000) enfatizam que os cristais de dissilicato de lítio, os quais têm formato alongado de 0,5 a 4 μm de comprimento, correspondem à principal fase cristalina da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2. A segunda fase cristalina são os cristais de ortofosfato de lítio, que não são visualizados em fotomicrografia pelo fato de serem removidos pelo condicionamento ácido. Esta é uma pequena fase cristalina caracterizada por cristais com aproximadamente 0,1 a 0,3 μm de diâmetro, localizada na

matriz vítrea e na superfície dos cristais de di-silicato de lítio. A exposição da fase cristalina proporciona aumento na área de superfície e topografia superficial mais retentiva com formação de irregularidades pela remoção da matriz vítrea, favorecendo maior penetração e retenção dos materiais de fixação. Simonsen e Calamia (1983) verificaram alteração morfológica da cerâmica feldspática condicionada com o ácido fluorídrico, com aumento da área de superfície em função da formação de irregularidades, determinando aumento da capacidade de união da resina fluída à cerâmica.

Para cerâmica vítrea de di-silicato de lítio do Sistema IPS Empress 2 é preconizado pelo fabricante a aplicação do ácido fluorídrico por 20 s seguidos de silanização. Entretanto, poucos estudos pertinentes ao tratamento superficial desta cerâmica são descritos na literatura, provavelmente por se tratar de um material ainda recente (DELLA BONA et al., 2001). Os mesmos autores mostraram uma maior força de adesão da cerâmica IPS Empress 2 com a resina composta quando se realizou condicionamento com ácido fluorídrico por 2 min associado à aplicação de silano na superfície, obtendo valores médios de $56,1 \pm 4,1$ MPa.

Para obtenção de melhor interação entre as cerâmicas e os cimentos resinosos, vários autores (CALAMIA e SIMONSEN, 1984; LACY et al., 1988; LU et al., 1992; KUPIEC, 1996; JARDEL et al., 1999b; BARGHI et al., 2000) sugeriram a associação do

condicionamento ácido com ácido fluorídrico com posterior aplicação de um agente de silanização. O silano age como um agente de ligação entre o componente inorgânico da cerâmica e a porção orgânica da resina composta (KAMADA et al., 1998).

O silano é uma substância composta por dois grupos funcionais: um organo-funcional e outro sílico-funcional. A introdução da silanização nas restaurações de porcelana propiciou a união química com o cimento resinoso, sendo que este processo atinge maior êxito quando está associado ao condicionamento ácido da porcelana que aumenta a área de contato entre o silano e a porcelana e favorece a retenção mecânica da resina fluída. Por meio destas uniões químicas e mecânicas, as restaurações em porcelana têm sua resistência intrínseca em muito aumentada quando estão unidas aos dentes, compensando a friabilidade característica das mesmas. O processo de silanização pode ser entendido como a sobreposição de uma camada intermediária, o silano, entre a porcelana e o cimento resinoso. O silano apresenta a habilidade de unir-se ao dióxido de silício, presente na porcelana, e a vários metacrilatos, presentes nos materiais resinosos. A porção sílico-funcional do silano se une aos componentes vítreos da porcelana (composta basicamente por quartz-SiO₂). A porção organo-funcional se une à matriz orgânica do cimento resinoso, sendo que

esta união silano/matriz orgânica só acontece quando da polimerização do cimento (AGRA et al., 1993).

O silano ainda facilita a molhabilidade do cimento resinoso adesivo, permitindo que este escoie mais facilmente nas irregularidades presentes na superfície da porcelana (LU et al., 1992; BARGHI, 2000).

Em nosso experimento, todas as superfícies de adesão receberam aplicação adicional de um agente de silanização e de um sistema adesivo dual. Nagai et al., em 2004, avaliaram a resistência de união ao cisalhamento da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress II ao agente de cimentação e concluíram que a silanização após condicionamento com ácido fluorídrico apresentou maiores valores de resistência de união.

Os maiores valores de resistência de união foram obtidos associando-se o microjateamento com óxido de alumínio 100 μm , o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 2 min e a aplicação do agente de silanização, sendo estes achados concordantes com o estudo de Della Bona et al., em 2001.

Sano et al. (1994) mostraram que existe uma relação inversa entre área adesiva testada e a resistência de união à tração. Quanto aos resultados encontrados na literatura, os valores de resistência de união variaram de 29 MPa a 46 MPa e foram, em média, maiores do que os valores encontrados nos testes de

resistência pelo método convencional de cisalhamento que varia de 5 MPa a 20 MPa. A área de adesão empregada no teste de Micro-Tração neste estudo foi de $1,0 \text{ mm}^2 \pm 0,1 \text{ mm}^2$, diferentemente dos testes de resistência de união ao cisalhamento, onde a área de adesão varia de $6,0 \text{ mm}^2$ a 12 mm^2 .

Os testes de resistência adesiva são pesquisados, na sua grande maioria, pela técnica convencional de resistência ao cisalhamento. Na literatura podemos encontrar, ainda, testes de tração diametral, resistência flexural e resistência à tração. Parece não haver critérios para a seleção de um teste de resistência, porém, considera-se que um método de avaliação mecânico desenvolvido em laboratório deva ser capaz de reproduzir, pelo menos parcialmente, as forças atuantes na cavidade bucal.

Além das características inerentes de cada material testado, três fatores principais podem exercer influência sobre os resultados de teste de resistência adesiva: a aplicação da força (tipo do teste), a qualidade do substrato e as condições de armazenamento dos espécimes antes do teste (VERSLUIS et al., 1997). De acordo com estudos realizados por Van Noort et al. (1991), a avaliação da resistência ao cisalhamento é extremamente sensível ao método de aplicação do adesivo e ao modelo do espécime. Em um estudo questionando a validade dos testes de cisalhamento Della Bonna e Van Noort (1995) detectaram diferenças significativas nos valores

de resistência de união ao cisalhamento entre a resina e a porcelana em espécimes com diferentes configurações, mas com desenhos geométricos e interfaces adesivas idênticas.

A sensibilidade da resistência adesiva às alterações nas condições do testes pode ser calculada usando uma análise de elemento finito, (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995, VAN NOORT et al., 1989, VAN NOORT et al., 1991) por meio da qual a distribuição das forças na interface pode ser determinada. Os resultados dos testes de resistência ao cisalhamento, onde a análise de elemento finito foi empregada, destacaram uma distribuição não uniforme das forças no espécime. As observações dos modos de fratura, após o teste de cisalhamento, revelaram a predominância de fraturas coesivas no material de base, quer este fosse resina ou cerâmica. Contrariamente, as falhas decorrentes dos testes de resistência à tração aconteceram na interface, o que significa que o teste executado forneceu medidas mais representativas de resistência na área de união, ao invés da resistência de um material em particular, o que provavelmente aconteceu durante os testes de cisalhamento (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995).

Versluis et al. (1997) desenvolveram um programa simulado para determinar falhas localizadas e confrontaram os resultados da simulação com os resultados de um experimento paralelo. Os autores destacaram ser amplamente aceito que nos

testes de cisalhamento a fratura da dentina deveria significar uma força de adesão superior à força da dentina. Nos resultados confrontados, a simulação confirmou que as fraturas coesivas observadas em dentina estão relacionadas, em parte, à biomecânica do teste e não são, necessariamente um indicativo que a resistência adesiva seja maior que a resistência coesiva da dentina. Os autores concluíram que há necessidade de uma nova tecnologia para avaliação das interfaces biológicas, tendo mostrado o papel vital da padronização numérica na interpretação de tais procedimentos experimentais.

O teste de Micro-Tração, onde a distribuição do stress nos corpos de prova é mais uniforme, reflete melhor a realidade, pois é conflitante observar falhas coesivas na resina ou dentina em valores bem abaixo da resistência coesiva real destes substratos, como acontece nos testes pelo método de cisalhamento, onde a distribuição do stress nos corpos de prova não é uniforme (SANO et al., 1994).

Em nosso experimento, onde foi empregado o teste de Micro-Tração, constatamos predomínio de falhas adesivas. Faria e Porto, em 2002, num estudo de resistência de união a Micro - Tração de agentes cimentantes a materiais restauradores indiretos revelaram predomínio de falhas adesivas (80%).

A interpretação e extrapolação desses resultados devem ser cautelosas, considerando que alguns estudos realizados (VAN NOORT et al., 1989, DELLA BONA e VAN NOORT, 1995) foram executados em dentina e porcelana e o estudo de Versluis et al., 1997 em dentina e resina, ou seja, utilizaram substratos com características e comportamentos distintos dos encontrados em testes de resistência de união entre materiais indiretos e agentes cimentantes. Um dos aspectos abordados é que a não uniformidade da distribuição das forças induzidas se deve a diferenças no módulo de elasticidade dos materiais envolvidos, o que, provavelmente, não se processaria no caso de resistência de união entre materiais indiretos e os cimentos resinosos, pois as extremidades opostas a linha de cimentação, são compostas com o mesmo material restaurador.

Nos testes de resistência de união onde foi empregada a técnica convencional de cisalhamento, uma alta porcentagem de falhas coesivas são encontradas, em valores relativamente baixos de união. Nos estudos que empregam o teste de Micro-Tração, há um predomínio de falhas adesivas (>90%), como observaram Sano et al. (1994).

Até o presente momento, o tipo de mecanismo envolvido nos procedimentos de união entre materiais restauradores indiretos cerâmicos e agente de cimentação permanece

desconhecido, não somente devido a sua complexidade, mas também pela possível interferência de fatores inerentes aos métodos de avaliação empregados. Podemos dizer ainda que é difícil determinar, em testes laboratoriais, a estabilidade das ligações envolvidas a longo prazo, especialmente no meio bucal, onde as condições de temperatura são adversas, além da incidência de esforços mastigatórios. Desse modo, parece prudente recomendar o uso de microretenções através do microjateamento com óxido de alumínio e condicionamento ácido da superfície interna da restauração e o emprego de sistemas adesivos universais associado a agentes silanizadores. Esses procedimentos proporcionariam rugosidades suficientes, aumento da área de superfície, penetração do sistema adesivo, além de uma possível ligação química, assegurando-se, assim, a efetividade e a durabilidade da união.

Conclusão

Conclusão

De acordo com a metodologia proposta e nos resultados podemos concluir que:

- * o aumento do tempo de condicionamento da superfície da cerâmica IPS Empress 2 com ácido fluorídrico a 10% aumentou os valores médios de resistência de união à Micro – Tração, porém, aos 60 s e aos 2 min, não houve diferença significativa,
- * os aspectos morfológicos das superfícies da cerâmica de infra-estrutura IPS Empress II foram modificados pelo jateamento com óxido de alumínio e condicionamento com ácido fluorídrico,
- * a análise dos modos de fratura, após o teste de Micro – Tração, revelou predomínio de falha adesiva e
- * verificou-se boa reprodutibilidade intra-examinador para o diagnóstico de falha por microscopia ótica.

Referências

Referências*

AGRA, C.M.; GARÓFALO, J.C.; VIEIRA, G.F. Silano – análise da importância deste material na união química entre a porcelana e resina composta. **Âmbito Odontol.**, São Paulo, v.3, n.14, p.326-331, maio/jun.1993.

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

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

BOTTINO, M.A. et al. **Estética em reabilitação oral: metal free**. São Paulo: Artes Médicas, 2001.

*ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.
NBR6023: informação e documentação- referências- elaboração.
Rio de Janeiro, 2002. 24p.

BOWEN, R. L. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.66, n.1, p.57-64, Jan. 1963.

BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.34, n.6, p.849-853, Dec.1955.

BURKE, F.J. et al. Are adhesive technologies need to support ceramics? An assessment of the current evidence. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v.4, n.1, p.7-22, Spring 2002.

CALAMIA, J.R.; SIMONSEN, R.J. Effect of coupling agents on bond strength of etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.63, sp.iss., p.179, 1984. Abstract 79.

CASTELLON, P. et al. Bond strength of resin cements to different ceramic materials. **In: INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR DENTAL RESEARCH**, 2004, Honolulu. Abstract 3182.

CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a

mechinable porcelain. **J. Dent.**, Bristol, v. 28, n.1, p.53-58, Jan. 1998.

CHEN, J.H.; MATSUMUKA, H.; ATSUTA, M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. **Oper. Dent.**, Seattle, v.23, n.5, p.250-257, Sept./Oct. 1998a.

DELLA BONA, A.; NORTHEAST, S. E. Shear bond strength of resin bonded ceramic after different try-in procedures. **J. Dent.**, Bristol, v.22, n. 2, p.103-107, Apr. 1994.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. Tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.74, n.9, p.1591-1596, Sept. 1995.

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

DELLA BONA, A.; MECHOLSKY Jr., J.; ANUSAVICE, K. J. Fracture toughness of resin composite to lithia disilicate ceramic. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.80, sp.iss., p.40, Jan 2001. Abstract 38.

FARIA, R.P.; PORTO, C.L.A. Bond strength of resin to polymer glass composite. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.81, sp.iss., p.162, 2002. Abstract 1151.

FOXTON, R.M. et al. Long-term durability of the dual-cured resin cement/silicon oxide ceramic bond. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v.4, n.2, p.125-135, Summer. 2002.

FUSAYAMA, T. et al. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J. Dent. Res.** Washington, v.58, n.4, p.1364-1370, Apr. 1979.

GOMES, J.C. **Análise “in vitro” do efeito dos sistemas adesivos e materiais restauradores na resistência adesiva com o substrato dentinário, através do teste de Micro-Tração.** 1999. 189f. Tese (Doutorado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.

HOLAND, W. et al. A comparison of the microstructure and properties of a IPS Empress 2 and IPS Empress glass-ceramics. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v.53, n.4, p.297-303, 2000.

HONDRUM, S.O. A review of the strength properties of dental ceramics. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.67, n.6, p.859-865, June 1992.

JANDA, R. et al. A new adhesive technology for all-ceramics. **Dent. Mater**, Copenhagen, v.19, n.6, p.567-573, Sept. 2003.

JARDEL, V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v.12, n.1, p.59-64, Jan./Feb. 1999a.

JARDEL, V. et al. Surface energy of etched ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v.12, n.5, p.415-418, Sept./Oct. 1999b.

KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.79, n.5, p.508-513, May 1998.

KATO, H. et al. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.75, n. 2, p.163-168, Feb. 1996.

KUPIEC, K.A. et al. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.76, n.2, p.119-124, Aug. 1996.

LACY, A.M. et al. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.60, n.3, p.288-291, Sept. 1988.

LANDIS, J.R.; KOCH, G.G. The measurement of observer agreement for categorical data. **Biometrics**, v.33, n.1, p.159-174, Mar. 1977.

LIGHT, R.J. Measures of response agreement for qualitative data: some generalizations and alternatives. **Psychol. Bull.**, v. 76, p. 365-377, 1971.

LU, R. et al. An investigation of the composite resin/porcelain interface. **Aust. Dent. J.**, Sydney, v.37, n. 1, p.12-19, Feb. 1992.

McLEAN, J. W.; HUGHES, T.H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **Br. Dent. J.**, London, v.119, n.6, p.251-267, Sept. 1965.

McLEAN, J.W. Ceramics in clinical dentistry. **Br. Dent. J.**, London, v.164, n.6, p.187-194, Mar. 1988.

MALTEZOS, C. et al. Bond strengths of three bonding systems to three different ceramic materials. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.80, sp.iss.,p.63, Jan. 2001. Abstract 217.

MEYER FILHO, A. **Adesão de resina composta à cerâmica: avaliação do tratamento da superfície sobre a força de união.** 2002. 93f. Tese (Mestrado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

NAGAI, T. et al. Effect of surface preparations on bond strength to heat-pressed ceramics. **In: INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR DENTAL RESEARCH**, 2004, Honolulu. Abstract 3188.

OZDEN, A.N.; AKALTAN, F.; CAN, G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.72, n.1, p.85-88, July 1994.

PACHECO, J.F.M. **Influência do condicionamento e da aplicação do silano na resistência ao cisalhamento da união porcelana – resina composta.** 1995. 88f. Tese (Mestrado em Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba.

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

ROULET, J.F.; SÖDERHOLM, K.J.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. **J. Dent. Res**, Chicago, v.74. n.1, p.381-387, Jan. 1995.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strenght- evaluation of a microtensile bond teste. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.10, n.4, p.236-240, July 1994.

SATO, K.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of three-liquid bonding agents on bond strength toa machine milled ceramic material. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v.26, n. 7, p.570-574, July 1999.

SIMONSEN, R.J.; CALAMIA, J.R. Tensile bond strength of etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.62, sp.iss., p.297, Mar. 1983. Abstract 1154.

SORENSEN, J.A. et al. Shear bond strength of composite resin to porcelain. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v.4, n.1, p.17-23, Jan./Feb. 1991.

SPORHR, A. M. **Efeito do tratamento de superfície e do silano na resistência à tração da união entre cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 e agentes cimentantes.** 2001. 138f. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba.

STANGEL, I.; NATHANSON, D.; HSU, C.S. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.66, n.9, p.1460-1465, Sept. 1987.

STOKES, A.N.; HOOD, J.A. Thermocycling, silane priming, and resin/porcelain interfaces – an electrical leakage study. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.5, n.6, p.369-370, Nov. 1989.

STOKES, A.N.; HOOD, J.A.; TIDMARSH, B.G. Effect of 6-month water storage on silane-treated resin/porcelain bonds. **J. Dent.**, Bristol, v.16, n.6, p.294-296, Dec. 1988.

THURMOND, J.W.; BARKMEIER, W.W.; WILWERDING, T.M. Effect of porcelain surface treatment on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.72, n.4, p.355-359, Oct. 1994.

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

VAN NOORT, R. et al. The effect of local interfacial geometry on the mensurement of the tensile bond strenght to dentin. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.70, n.5, p.889-893, May 1991.

VERSLUIS, A; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W.H. Why do shear bond tests pull out dentin? **J. Dent. Res.**, Chicago, v.76, n.6, p.1298-1307, June 1997.

Resumo

FARIA, R.P. **Resistência de união cerâmica - agente cimentante. Teste de micro-tração e análise por microscopia eletrônica de varredura.** 2004. 144 f. Tese (Doutorado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.

Resumo

Os objetivos deste trabalho foram avaliar a influência de diferentes tempos de condicionamento ácido na resistência de união cerâmica–agente cimentante, por meio do teste de Micro-Tração, bem como análise dos modos de fratura. Foram confeccionados 5 pares de discos de cerâmica de infra-estrutura IPS Empress 2 e divididos aleatoriamente em 5 grupos. As superfícies de união foram regularizadas através de desgaste com lixas abrasivas de granulação seqüencial sob refrigeração. Os espécimes foram nomeados ao acaso e submetidos aos seguintes tratamentos antes da cimentação: G₁: sem condicionamento ácido; G₂: 20 s de condicionamento com ácido fluorídrico a 10%; G₃: 40 s e condicionamento com ácido fluorídrico a 10%; G₄: 60 s de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% e G₅: 2 min de condicionamento com ácido fluorídrico a 10%. Os espécimes, aos pares, foram cimentados com um sistema adesivo e cimento resinoso dual, de acordo com as recomendações do fabricante. Espécimes foram fotopolimerizados, armazenados por 48 h a 37°C e,

posteriormente, com auxílio de um disco de diamante perpendicular à superfície de união, “palitos” com 1 mm² de área de seção foram obtidos. Os valores de resistência de união (MPa) foram obtidos com auxílio de uma máquina de teste universal (MTS 800) e submetidos à análise de variância e teste de Tukey. As médias de resistência foram de 30,20 MPa, 36,19 MPa, 38,72 MPa, 41,43 MPa e 42,53 MPa, respectivamente aos grupos G₁, G₂, G₃, G₄ e G₅. O grupo G₁ apresentou menor resistência média de união do que os demais grupos. O grupo G₃ teve comportamento semelhante a G₂ e a G₄, porém estes dois últimos foram diferentes entre si. Os grupos G₄ e G₅ promoveram resistências médias semelhantes. Concluímos que o aumento do tempo de condicionamento ácido aumentou os valores de resistência de união à Micro-Tração e a análise dos modos de fratura exibiu predomínio de falhas do tipo adesiva.

Palavras-chave: Cerâmica; cimentos dentários; resistência à tração.

Abstract

FARIA, R.P. **Bond strength of ceramic at cement agent. Micro-Tensile test and scanning electron microscopy analysis.** 2004. 144 f. Tese (Doutorado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.

Abstract

The purpose of this study was to investigate the effect of different times of acid conditioning on the microtensile bond strength between union-cement and ceramic, and to verify the mode of failure. Five pairs of ceramic disks (IPS Empress 2) were divided, in five groups, by randomized allocation. The bonding surfaces were finished with 600-grit silicon carbide paper. The specimens were nominated at random and submitted to the following treatments before cementation: G_1 : without acid etching; G_2 : 20 s of etching with 10% hydrofluoric acid; G_3 : 40 s of etching with 10% hydrofluoric acid; G_4 : 60 s of etching with 10% hydrofluoric acid and G_5 : 2 min of etching with 10% hydrofluoric acid. All the pairs were bonded with dual cure resin bonding and dual cure resin cement, according to manufacturer's instructions. The specimens were light-cured and then stored for 48 h at 37°C. Using a diamond disk perpendicular to the bonding interface, 'sticks' with 1.0 mm²

cross-sectional area were obtained. Microtensile bond strengths were determined using a MTS 800 Materials Testing Machine at a crosshead speed of 0.5 mm/min. It was applied analysis of variance and Tukey test at $p < 0.05$. The means of microtensile bond strength, in MPa, were 30.20, 36.19, 38.72, 41.43 and 42.53, respectively to the groups G_1 , G_2 , G_3 , G_4 and G_5 . Group G_1 had the smallest microtensile bond strength and G_3 had similar results when compared to G_2 and G_4 , although G_2 and G_4 were different between themselves. The groups G_4 and G_5 showed similar means of microtensile bond strength. Conclusions: The higher the time of acid conditioning higher were the values of microtensile bond strength, and the analysis of mode of failure exhibited prevalence of adhesive failure type.

Keywords: Ceramics; dental cements; tensile strength.